

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
METALURŠKI FAKULTET

Ivana Bunjan

DIPLOMSKI RAD

Sisak, lipanj 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
METALURŠKI FAKULTET

Ivana Bunjan

ISPITIVANJE MIKROSTRUKTURNIH I VLAČNIH SVOJSTAVA
POLUKONTINUIRANO LIJEVANIH Al-Mg BLOKOVA

DIPLOMSKI RAD

Mentor: izv. prof. dr. sc. Natalija Dolić

Članovi Povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada:

1. izv. prof. dr. sc. Zdenka Zovko Brodarac, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - predsjednica
2. izv. prof. dr. sc. Natalija Dolić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - članica
3. doc. dr. sc. Ivan Jandrlić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - član
4. izv. prof. dr. sc. Anita Begić Hadžipašić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - zamjenska članica

Sisak, lipanj 2019.

Zahvala

Zahvaljujem se prvenstveno svojoj mentorici izv. prof. dr. sc. Nataliji Dolić na stručnom vodstvu prilikom izrade ovog diplomskog rada te njezinoj ustrajnosti i podršci koju mi je pružala tijekom cijelog procesa. Vjerovala je u mene od samog početka te ne mogu riječima opisati koliko mi je puta njezina dostupnost u bilo koje doba dana spasila "glavu". Uspjela je izvući maksimum iz mene, navesti me da težim još višim akademskim ciljevima te da se ne bojim izaći iz svoje komfort zone. Prešle smo granicu odnosa profesor - student; u njoj sam osim profesorice i mentorice pronašla i prijateljicu.

Posebne zahvale idu stručnom voditelju mog diplomskog rada, Franji Kozini, mag. ing. met. Da smo dobili kunu svaki put kad smo radili s mojim uzorcima i borili se s njima, sad bi pili kavu negdje na plaži i samo govorili "pomalo". Franjo mi je svaki put srdačno prenio sva svoja znanja vezana uz pripremu uzoraka i mikrostrukturna istraživanja, pa i više od toga. Pronalazili smo rješenja za naizgled nemoguće situacije i uz njega sam naučila da ništa nije nerješivo - sve se može uz malo dobre volje.

Također se zahvaljujem gospođi Ljiljani Srećec, tehničkoj suradnici, što mi je pomagala tijekom nagrizanja uzoraka u Laboratoriju za kemiju, hidrometalurgiju i korozijska ispitivanja te što su vrata Laboratorija bila uvijek otvorena, uz njenu svesrdnu pomoć i savjete.

Mama, hvala ti što si me pustila da završim svoj fakultet onako kako sam ga upisala - bez ikakvog pritiska. Nema tih riječi kojima bih mogla opisati podršku koju si mi pružala tijekom cijelog mog studiranja i koju mi već sad pružaš dok panično i aktivno tražim posao. Hvala ti što vjeruješ u mene, i onda kad sama nisam vjerovala u sebe te što si me pustila da odaberem put u životu koji mi najviše odgovara. Nisi se nadala da će to biti metalurgija, zar ne? Tata, nisi tu da ga pročitaš i eventualno mi sugeriraš bolji tehnički pristup, no znam da si ponosan na mene. Budemo ti ga mama i ja nekom prilikom pročitale. Do tad ću vjerojatno već i zaboraviti o čemu sam uopće pisala i istraživala.

Bella, hvala ti što si sate provela ispod mojih nogu dok sam pisala ovaj rad i svaki put stavila glavu na moja koljena kad bih stala s pisanjem i duboko uzdahnula. Najbolji si pas i prijatelj na cijelom svijetu.

Hvala svim mojim prijateljicama i prijateljima što su me beskonačno slušali vezano uz ovaj diplomski rad. Mala riječ ohrabrenja ponekad znači više od ičega, a ti si mi ih, Tamara, davala na lagere, uz malu dozu nihilizma. Hvala ti na tome.

Diplomski rad posvećujem svojim roditeljima.

Rastanak sa sobom

*Mi stojimo na rubu svijeta
i gledamo u zapadanje zadnjih zvijezda u dubljine noći*

Sa zvijezdama i mi zapadamo

Mi stojimo već na krajnjem rubu sebe

*Ko ispod nas zemlju nevidljivo maknu
da je već daleko vidimo ko zvijezdu?*

*Zamakle su zvijezde
Ko od nas još može naslutiti sebe?*

Rušimo se vječno

Naš je put bez dna i padanje bez glasa

Antun Branko Šimić

SADRŽAJ

SAŽETAK	i
ABSTRACT	i
POPIS OZNAKA	ii
POPIS POKRATA	iv
POPIS SLIKA	v
POPIS TABLICA	vii
1. UVOD	1
2. TEORIJSKI DIO	2
2.1.OPĆENITO O ALUMINIJU I ALUMINIJSKIM LEGURAMA	2
2.1.1. PODJELA ALUMINIJSKIH LEGURA	2
2.1.2. ALUMINIJSKE LEGURE ZA GNJEČENJE	4
2.1.2.1.UTJECAJ LEGIRNIH I PRATEĆIH ELEMENATA NA ALUMINIJSKE LEGURE ZA GNJEČENJE	6
2.1.2.2.KLASIFIKACIJA ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE	8
2.1.3. SERIJA 5XXX ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE	9
2.2.TEHOLOGIJA LIJEVANJA	12
2.2.1. TEHOLOGIJA LIJEVANJA ALUMINIJSKIH BLOKOVA POSTUPKOM IZRAVNOG HLAĐENJA VODOM	12
2.2.2. POLUKONTINUIRANI VERTIKALNI POSTUPAK LIJEVANJA IZRAVNIM HLAĐENJEM (VDC)	13
2.2.3. PARAMETRI LIJEVANJA ZA VRIJEME DC LIJEVANJA	17
2.2.4. LIJEVANA STRUKTURA I KVALITETA POVRŠINE LIJEVANOG BLOKA	19
2.3.USITNJAVANJE ZRNA ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE	19
2.3.1. VRSTE KOMERCIJALNIH CJEPIVA	20
2.3.2. MEHANIZMI USITNJAVANJA ZRNA CJEPIVIMA	21
2.4.SKRUĆIVANJE ALUMINIJSKIH LEGURA I RAZVOJ PRIMARNE STRUKTURE BLOKA LIJEVANOG DC POSTUPKOM	24
2.4.1. OSNOVE SKRUĆIVANJA	24
2.4.1.1.POKRETAČKA SILA ZA SKRUĆIVANJE	24
2.4.1.2.NUKLEACIJA	26
2.4.2. RAZVOJ KRISTALNIH ZONA BLOKA LIJEVANOG DC POSTUPKOM	26
2.4.3. MIKROSEGREGACIJE	28
2.4.4. MAKROSEGREGACIJE	29
2.5.PROCES HOMOGENIZACIJE ALUMINIJSKIH LEGURA U INDUSTRIJI	31
3. EKSPERIMENTALNI DIO	34

3.1.LIJEVANJE BLOKOVA DC POSTUPKOM	34
3.2.METODOLOGIJA ISPITIVANJA	44
3.2.1. STATISTIČKO PLANIRANJE POKUSA	45
3.2.1.1.UZIMANJE UZORAKA PO PLANU POKUSA „LATINSKI KVADRAT“	46
3.2.2. ISPITIVANJE VLAČNIH SVOJSTAVA	54
3.2.3. ISPITIVANJE MIKROSTRUKTURE	55
3.2.3.1.METALOGRAFSKA PRIPREMA UZORAKA	55
3.2.3.2.ELEKTROLITIČKO NAGRIZANJE UZORAKA	56
3.2.3.3.ODREĐIVANJE VELIČINE ZRNA POMOĆU SVJETLOSNOG MIKROSKOPA	57
3.2.3.4.POLUAUTOMATSKA METODA MJERENJA VELIČINE ZRNA MJERENJEM DULJINE PRESIJEKANJA ZRNA \bar{l}	58
4. REZULTATI I DISKUSIJA REZULTATA	59
4.1.REZULTATI ISPITIVANJA MIKROSTRUKTURE	59
4.2.REZULTATI ISPITIVANJA VLAČNIH SVOJSTAVA	63
4.3.STATISTIČKA ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA	66
4.3.1. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA BROJ ZRNA	69
4.3.2. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA VLAČNU ČVRSTOĆU	71
4.3.3. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA GRANICU PROPORCIONALNOSTI	74
4.3.4. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA IZDUŽENJE	76
5. ZAKLJUČAK	79
6. LITERATURA	80
7. ŽIVOTOPIS	84
8. PRILOZI	8-1
8.1. POPIS TABLICA I PRILOGA	8-2

SAŽETAK

U okviru ovog diplomskog rada provedena su ispitivanja na šest aluminijskih blokova aluminijske legure EN AW-5083 lijevanih polukontinuiranim postupkom izravnog hlađenja (eng. *Direct Chill*). Cilj ovog rada bio je odrediti kako brzina hlađenja, ovisno o položaju uzoraka u bloku, utječe na promjenu broja zrna po jedinici ispitivane površine i vlačna svojstva (vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i istezanje) lijevanih blokova. U eksperimentalnom dijelu provedena su mjerenjaveličine, tj. broja zrna po jedinici ispitivane površine i vlačnih svojstava na odgovarajućim mjestima unutar poprečno izrezanih ploča s početka i kraja izlivenih blokova. Polazište za određivanje utjecaja brzine hlađenja je statistički plan pokusa („latinski kvadrat“). Ispitivanjem mikrostrukture unutar ispitivanih ploča uočena je nejednolika raspodjela istoosnih zrna, bez pojave stubičastih zrna i transkristalizacijske zone. Iz grafičkih prikaza utjecaja pojedinih varijabli za sve mjerene veličine potvrđen je očekivani utjecaj brzine hlađenja na razvoj i raspodjelu broja zrna čija vrijednost raste od sredine prema svim rubovima blokova što se na isti način manifestira i na promjeni vlačnih svojstava. Statističkom obradom rezultata ustanovilo se da je najznačajniji izvor varijabilnosti *visina*, odnosno *širina ploče*. Relativno visoki koeficijenti korelacije između ploča s početka i kraja ispitivanih blokova ($r = 0,66$ do $0,77$) upućuju na relativno zadovoljavajuću kemijsku, mikrostrukturnu i mehaničku homogenost ispitivanih blokova. Dobiveni rezultati upućuju na relativnu konzistentnost i ponovljivost postupka taljenja, obrade taline i lijevanja blokova aluminijske legure EN AW-5083.

Ključne riječi: *aluminijska legura EN AW-5083, VDC postupak, mikrostrukturna svojstva, vlačna svojstva, brzina hlađenja*

SUMMARY

Within this thesis six aluminium alloy EN AW-5083 slabs cast with the semi-continuous, vertical direct water cooling process (Direct Chill) have been evaluated. It has been determined how the cooling rate influenced size and number of grains per unit area and tensile properties (tensile strength, yield strength and elongation) of slabs. In the experimental part of this work examinations of microstructural and tensile properties on specified places withing the cross sectioned 300 mm thick place(„slice“) on the beginning and the end of the cast slabs were performed. The base for determining influence of the cooling rate was statistical examination plan („latin square“). Microstructure examination in the „slices“ it revealed the unequal distribution of equiaxed grains, without the columnar crystal zone. Graphic figures showed influence of different sources of variability and effect of cooling rates on growth and number of grains distribution. Number of grains grows from center to the rears of ingots. Change of microstructural properties is followed by the change of tensile properties. By statistical processing of obtained results it has been established that the *slice height* (ingot thickness) is the most significant variability source. Relatively high correlation coefficients between the slices for the beginning and the end of examined ingots for grain numbers and tensile properties (from 0,66 to 0,77) indicate relatively acceptable chemical, microstructural and mechanical homogeneity of the investigated cast slabs. Obtained results reference the relative consistency and repeatability of the melting process, melt treatment and casting of the EN AW-5083 aluminium alloy slabs.

Key words: *aluminium alloy EN AW-5083, VDC process, microstructural properties, tensile properties, cooling rate*

POPIS OZNAKA

OZNAKA	OPIS	MJERNA JEDINICA
R_m	vlačna čvrstoća	MPa
α_{Al}	kruta otopina Al	
α - faza (Al)	kruta otopina s plošno centriranom kubičnom rešetkom (fcc), s maksimalnom topljivosti Mg u α_{Al} od 17,4% pri eutektičkoj temperaturi od 450 °C	
δ - faza (Mg)	kruta otopina s heksagonskim gustim slaganjem (hcp) s maksimalnom topljivosti Al u δ od 12,9% pri eutektičkoj temperaturi od 437 °C	
β - faza	spoj s približnim stehiometrijskim sastavom Al_8Mg_5 s kompleksnom plošno centriranom rešetkom (fcc) - naziva se i Al_3Mg_2	
R - faza (ϵ)	spoj koji nastaje pri 39% Mg	
L	talina	
$R_{p0.2}$	konvencionalna granica proporcionalnosti	MPa
A_{50}	izduženje	%
ρ	gustoća	kg/m ³
c_{pl}	specifična toplina taline	J/K
V	brzina lijevanja	m/s
W	duljina trupca, duljina puta odvođenja topline difuzijom	m/s
λ	toplinska vodljivosti	W/mK
h	koeficijent prijenosa topline	W/m ² K
Bi	Biotov broj	
Pe	Pecletov broj	
V_c	brzina lijevanja	m/s
H	dubina lijevka	m
λ_s	toplinska vodljivost krute tvari	W/mK
T_m	temperatura taljenja legure	K
T_s	temperatura površine bloka ili temperatura rashladnog medija vode	K
A	koeficijent koji ovisi o vrsti legure i određuje temperaturu skrućivanja legure	
ΔH_f	latentna toplina skrućivanja	J/mol
ρ_s	gustoća krute tvari	kg/m ³
c_s	specifična toplina krute tvari	J/kgK
r	polumjer trupca	m
V_s	brzina skrućivanja	m/s
α_n	kut između osi bloka i normale na fronti skrućivanja	°
G_T	temperaturni gradijent	
G	Gibbsova slobodna energija	J
T	temperatura	K
H	entalpija	J
S	entropija	J/K
ΔT_c	konstitucijsko pothlađenje	K
T_s	temperatura solidusa	K
C_0	sastav krutine pri T_s	mas.%

δ_c	granični difuzijski sloj	
G_L	temperaturni gradijen kod taline	
T_L	temperatura likvidusa	K
T^*	temperatura granične površine u proizvoljno odabrano vrijeme	K
m	nagib likvidus linije	
C_L^*	sastav taline	mas. %
ΔG^{het}	promjena Gibbsove slobodne energije kod heterogene nukleacije	J
r	radijus klice	m
γ_{SL}	površinska napetost između krutine i taline	J/m ²
Θ	kut kvašenja	°
$f(\Theta)$	geometrijski faktor	
k	mikrosegregacijski omjer	
C_S	maksimalni sadržaj otopljenog elementa	mas. %
C_L	minimalni sadržaj otopljenog elementa nakon skrućivanja	mas. %
h	debljina bloka	m
b	širina bloka	m
l	duljina bloka	m
\bar{l}	srednja duljina presijecanja	μm
N_A	broj zrna po jedinici površine	No./mm ²
$G\text{-broj}$	veličina zrna	
SS	suma kvadratnih odstupanja	
n	stupnjevi slobode	
s	procijenjena varijanca	
F	funkcija gustoće vjerojatnosti F-razdiobe za odgovarajuće parametre	
k_b	stupnjevi slobode procijenjene varijance u brojniku za $F_{rač}$	
k_n	stupnjevi slobode procijenjene varijance u nazivniku za $F_{rač}$	
p	vjerojatnost da se dogodi utvrđena vrijednost za $F_{rač}$ u uvjetima ispravnosti nulte hipoteze H_0	
σ_1^2 i σ_2^2	varijance osnovnih skupova	
r	korelacija	
$ r_{gran} $	granična korelacija	

POPIS POKRATA

DC	postupak izravnog hlađenja vodom
VDC	vertikalni postupak izravnog hlađenja vodom
HDC	horizontalni postupak izravnog hlađenja vodom
TEM	transmisijski elektronski mikroskop
ALPUR	sustav za otplinjavanje
OES	optički emisijski spektrometar
ANOVA	analiza varijance

POPIS SLIKA

Slika 1.	Podjela aluminijskih legura za gnječenje ovisno prema mogućnostima očvršćivanja toplinskom obradom [12]	5
Slika 2.	Glavni legirni elementi kod serije 5xxx [12]	9
Slika 3.	Binarni fazni dijagram Al-Mg [26]	9
Slika 4.	Utjecaj Mg na mehanička svojstva nekih legura serije 5xxx [23]	10
Slika 5.	Shematski prikaz VDC postupka [38]	14
Slika 6.	Shematski prikaz usmjeravanja mlaza vode na skrutnutu koru tijekom sekundarnog hlađenja VDC postupkom [40]	14
Slika 7.	Shematski prikaz zona u bloku tijekom DC lijevanja s koherencijskom izotermom označenom na 30% krute faze [39]	15
Slika 8.	Shematski prikaz nukleacija u različitim teorijama usitnjavanja zrna [46]	23
Slika 9.	Toplinsko polje i polje otopljenog elementa ispred granice krutina/talina [49, 50]	25
Slika 10.	Različite zone kod lijevanja bloka [47]	27
Slika 11.	Shematski prikaz tipičnog toka taline u prijelaznoj zoni meniskusa kod DC postupka lijevanja bloka s likvidus, koherentnim i solidus izotermama koje odvajaju tekuću zonu, zonu suspenzije, mješovitu zonu i krutu zonu unutar bloka [51]	29
Slika 12.	Raspodjela relativnih koncentracija različitih legirnih elemenata koji su funkcija udaljenosti od sredine ingota [52]	31
Slika 13.	Shematski prikaz postupka izrade blokova polukontinuiranim vertikalnim postupkom lijevanja, VDC postupak [8, 36]	35
Slika 14.	Talionička peć	35
Slika 15.	Udio primarnog i sekundarnog aluminija po šaržama za aluminijsku leguru EN AW-5083	36
Slika 16.	Proces lijevanja aluminijske legure EN AW-5083	38
Slika 17.	Sredstva za usitnjavanje zrna	39
Slika 18.	Daljnji proces lijevanja aluminijske legure EN AW-5083	40
Slika 19.	Izliveni aluminijski blok legure EN AW-5083	43
Slika 20.	Lijevani aluminijski blokovi	44
Slika 21.	Poprečni presjek bloka (ploče) uzet s početka i kraja aluminijskog bloka šarže 3157 i podjela na manje segmente (oznake 1 - 12)	45
Slika 22.	Metoda crne kutije [54]	45
Slika 23.	Shema „latinskog kvadrata“, n=6	47
Slika 24.	Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3157	48
Slika 25.	Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3158	49
Slika 26.	Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3159	50
Slika 27.	Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3160	51
Slika 28.	Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3162	52
Slika 29.	Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3163	53
Slika 30.	Prikaz uzimanja uzoraka kroz svih 6 ispitivanih blokova	53

Slika 31.	Mjesto uzimanja uzoraka s isječka za vlačna ispitivanja	55
Slika 32.	Shema epruvete za vlačna ispitivanja s naznačenim dimenzijama mjernog područja	55
Slika 33.	Metalografska priprema uzoraka	56
Slika 34.	Elektrolitičko nagrivanje uzoraka (aparatura)	57
Slika 35.	Svjetlosni mikroskop Olympus GX51 opremljen digitalnom kamerom Olympus DP70 i programskim paketom Analysis® Materials Research Lab	58
Slika 36.	Primjer određivanja veličine zrna poluautomatskom metodom mjerenja duljine presijecanja zrna na uzorku 48PA iz šarže 3159P nagriženim Barkerovim reagensom promatran pod polarizacijskim svjetlom uz dodatak tintnog filtra	58
Slika 37.	Snimke mikrostrukture uzoraka šarže 3157 aluminijske legure EN AW-5083	59
Slika 38.	Snimke mikrostrukture uzoraka šarže 3157 aluminijske legure EN AW-5083	60
Slika 39.	Krivulja F-distribucije [36, 64]	67
Slika 40.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>broj zrna</i> N_A - početak blokova	69
Slika 41.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>broj zrna</i> N_A - kraj blokova	69
Slika 42.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>vlačnu čvrstoću</i> R_m - početak blokova	72
Slika 43.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>vlačnu čvrstoću</i> R_m - kraj blokova	72
Slika 44.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>granicu proporcionalnosti</i> $R_{p0.2}$ - početak blokova	74
Slika 45.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>granicu proporcionalnosti</i> $R_{p0.2}$ - kraj blokova	75
Slika 46.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>izduženje</i> A_{50} - početak blokova	76
Slika 47.	Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za <i>izduženje</i> A_{50} - kraj blokova	77

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Podjela i značajke aluminijskih legura za gnječenje [7]	4
Tablica 2.	Označavanje glavnih skupina Al legura prema EN 573-1 [8, 24]	8
Tablica 3.	Normom [30] propisan kemijski sastav aluminijske legure EN AW-5083	11
Tablica 4.	Fizikalna i mehanička svojstva aluminijske legure EN AW-5083 pri 20 °C [28, 29, 32]	11
Tablica 5.	Usporedba različitih teorija mehanizma usitnjavanja zrna [46]	23
Tablica 6.	Prosječni sastav glavnih legiranih elemenata koji su funkcija udaljenosti od sredine ingota [52]	30
Tablica 7.	Najčešće pojavljivanje čestice pri povišenim temperaturama homogenizacije legura serije 5xxx [36]	33
Tablica 8.	Promjene u mikrostrukтури za vrijeme homogenizacije 5xxx legura [23]	33
Tablica 9.	Posebne upute za lijevanje aluminijskih blokova legure EN AW-5083	34
Tablica 10.	Struktura uložka	36
Tablica 11.	Dolegiranje taline aluminijske legure EN AW-5083	37
Tablica 12.	Količine dodanog sredstva za usitnjavanje u obliku Al-Ti-B žice i Al-Ti-B polugica pri lijevanju legure EN AW-5083	39
Tablica 13.	Karakteristike modifikatora AlTi5B1	40
Tablica 14.	Parametri lijevanja legure EN AW-5083 kod duljine blokova od 200 mm	41
Tablica 15.	Parametri lijevanja legure EN AW-5083 kod duljine blokova od 4000 mm	42
Tablica 16.	Dimenzije ispitanih blokova	42
Tablica 17.	Kemijski sastav talina ispitanih šarži aluminijske legure EN AW-5083 i normom propisan sastav [24]	43
Tablica 18.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3/57	47
Tablica 19.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3/58	48
Tablica 20.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3/59	49
Tablica 21.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3/60	50
Tablica 22.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3/62	51
Tablica 23.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3/63	52
Tablica 24.	Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ sa svih ploča uzetih s početka i kraja 6 ispitivanih blokova	54
Tablica 25.	Rezultati mjerenja broja zrna po jedinici ispitivane površine N_A dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerenjem srednje duljine presjecanja zrna za uzorke uzete s početka blokova aluminijske legure EN AW-5083	61
Tablica 26.	Rezultati mjerenja veličine zrna N_A dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerenjem srednje duljine presjecanja zrna za uzorke uzete s kraja blokova aluminijske	62

	legure EN AW-5083	
Tablica 27.	Rezultati mjerenja vlačne čvrstoće R_m uzoraka uzetih s početka i s kraja ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083	63
Tablica 28.	Rezultati mjerenja granice proporcionalnosti $R_{p0.2}$ uzoraka uzetih s početka i s kraja ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083	64
Tablica 29.	Rezultati mjerenje izduženja A_{50} , uzoraka uzetih s početka i s kraja ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083	65
Tablica 30.	Analiza varijance latinskog kvadrata za broj zrna N_A - početak blokova	70
Tablica 31.	Analiza varijance latinskog kvadrata za broj zrna N_A - kraj blokova	71
Tablica 32.	Koeficijenti korelacije za broj zrna $r_s(N_A)$, između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu	71
Tablica 33.	Analiza varijance latinskog kvadrata za vlačnu čvrstoću R_m - početak blokova	73
Tablica 34.	Analiza varijance latinskog kvadrata za vlačnu čvrstoću R_m - kraj blokova	73
Tablica 35.	Koeficijenti korelacije za vlačnu čvrstoću $r_s(R_m)$, između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu	74
Tablica 36.	Analiza varijance latinskog kvadrata za granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - početak blokova	75
Tablica 37.	Analiza varijance latinskog kvadrata za granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - kraj blokova	75
Tablica 38.	Koeficijenti korelacije za granicu proporcionalnosti $r_s(R_{p0.2})$, između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu	76
Tablica 39.	Analiza varijance latinskog kvadrata za izduženje A_{50} - početak blokova	78
Tablica 40.	Analiza varijance latinskog kvadrata za izduženje A_{50} - kraj blokova	78
Tablica 41.	Koeficijenti korelacije za izduženje $r_s(A_{50})$, između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu	78

1. UVOD

Aluminij je jedan od najrasprostranjenijih elemenata u Zemljinoj kori, gdje ga ima oko 7,5-8,1%. Smatra se najzastupljenijim metalom te se po ukupnoj rasprostranjenosti nalazi odmah iza kisika i silicija. To je metal koji se najviše koristi iza čelika. Reaktivan je na zraku te stvara tanki sloj oksida na površini [1]. Najčešće se pojavljuje u tlu s drugim elementima, rijetko kad je samorodan te se gotovo uopće ne pojavljuje u čistom obliku. Aluminij je postao glavni neželjezni metal koji se obrađuje i koristi, no samo korištenje ne seže tako daleko u prošlost. Prvi put se pojavljuje na svjetskoj izložbi u Parizu 1855. godine. Aluminijevi spojevi su stabilni te je potrebna velika količina energije i visoke temperature da bi se te komponente mogle reducirati do samog metala. To ujedno objašnjava zašto je aluminij kao element dosta bio izoliran te se počeo komercijalno proizvoditi tek u novijoj povijesti [2].

Kako aluminij ima velik afinitet prema kisiku, počeo se komercijalno proizvoditi tek krajem 19. stoljeća. Proizvodi se iz rude boksita koja se prerađuje u glinicu (aluminijev oksid) nakon čega se elektrolizom dobiva čisti aluminij. Aluminij i njegove legure se koriste prvenstveno zbog visoke električne i toplinske provodljivosti, male gustoće, dobre otpornosti prema koroziji, odličnih mehaničkih svojstava i mogućnosti recikliranja - aluminij je „zelen“ metal. Također je neotrovan i nemagnetičan. Korištenje i uloga su mu sveprisutni u suvremenom svijetu [1].

U moderno vrijeme postoje mnogobrojne aluminijske legure čija se svojstva mogu poboljšati s raznim legirnim elementima, poput magnezija, silicija ili bakra. U industriji se često mogu zahtijevati legure s iznimnim svojstvima otpornosti na koroziju pri običnoj ili morskoj atmosferi, velikom čvrstoćom i otpornosti na razne kemikalije. Moderna proizvodnja aluminija i aluminijskih legura omogućila je proizvodnju takvih legura. Aluminijska legura EN AW-5083, legirana magnezijem i malom količinom mangana uvelike se koristi u brodogradnji, željeznici i sličnim područjima gdje se zahtijevaju gore navedena svojstva.

U okviru ovog diplomskog rada ispitivat će se aluminijski blokovi legure EN AW-5083 lijevani polukontinuiranim postupkom izravnog hlađenja (DC postupak). Cilj ovog rada je odrediti kako brzina hlađenja (ovisno o položaju uzorka u bloku) utječe na promjenu broja zrna po jedinici ispitivane površine i vlačna svojstva (vlačnu čvrstoću, granicu razvlačenja i istezanje) lijevanih blokova. Statističkom analizom dobivenih rezultata pokušat će se odrediti homogenost blokova u cjelini.

2. TEORIJSKI DIO

2.1. OPĆENITO O ALUMINIJU I ALUMINIJSKIM LEGURAMA

Aluminij, kao najrašireniji metalni element u Zemljinoj kori (oko 8%) je u razmjerno kratkom vremenu postao drugi metal po proizvodnji na svijetu, odmah iza čelika. Temperatura taljenja aluminija je 660 °C, temperatura vrenja 2519 °C, a gustoća $2,7 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ [1]. Mala gustoća zaslužna je za njegovu široku upotrebu u raznim industrijama. Mekan je i nema zadovoljavajuću čvrstoću za industriju, no može se legirati s raznim elementima u svrhu povećanja čvrstoće, ali i poboljšanja raznih drugih svojstava. Tako aluminijske legure postaju lagane i čvrste te se lako mogu oblikovati na razne načine u metalurškoj industriji: mogu se kovati, valjati, strojno obrađivati i oblikovati u razne gotove oblike [2].

Daljnja svojstva aluminija i njegovih legura uvelike doprinose sigurnosti proizvoda: otpornost na krhki lom u području niskih temperatura, mala osjetljivost na temperaturni gradijent i zaostala naprezanja te otpornost na udarno opterećenje, gdje se vidi pozitivan utjecaj brzine deformacije na čvrstoću i duktilnost. Moderne tehnologije su doprinijele razvitku legiranja aluminija te dobivanju još boljih svojstava [3]. Sva navedena svojstva doprinose tome da se aluminij može lijevati, plastično deformirati, strojno, toplinski i površinski obrađivati. Na svojstva gotovih proizvoda uvelike ovisi nalazi li se aluminij u čistom stanju ili je legiran, koji je sastav legure, na koji način i koliko se legura deformira i toplinski obrađuje. Svaki od navedenih parametara je podjednako važan za samu leguru i procjenu njene kvalitete.

Proizvodnja primarnog aluminija odvija se u dva odvojena visokoenergetska procesa u kojem se ruda (boksit) prevodi u čisti metal elektrolitičkom redukcijom. Prvi dio podrazumijeva Bayerov postupak u kojem se aluminijaska ruda raščinjava pri visokim temperaturama i prevodi u glinicu. Drugi dio je Hall-Héroultov postupak gdje se elektrolizom taline glinice u rastaljenom kriolitu uz ugljične elektrode dobiva aluminij i on danas predstavlja jedini komercijalni postupak proizvodnje aluminija [1]. U 2017. godini proizvedeno je 63 404 000 tona aluminija, gdje se dnevno prosječno proizvodilo 173 700 tona. No, tako velika količina proizvedenog primarnog aluminija iznimno je energetski zahtjevan postupak - u 2017. godini na svjetskoj razini potrošilo se 14 151 kWh/t proizvedenog aluminija [4].

U Europi postoji više od 600 tvornica koje proizvode aluminij i njegove proizvode, s trendom rasta recikliranja istih. Kako trend proizvodnje aluminija raste u Europi i u Europskoj uniji, isti takav trend se primjećuje i na svjetskoj razini što je ujedno i potvrda da je aluminij metal budućnosti [5].

2.1.1. PODJELA ALUMINIJSKIH LEGURA

Kako na svijetu postoji više od 500 različitih legura aluminija, potrebno ih je klasificirati unutar normi. U Europi i Europskoj uniji se koriste Europske norme (EN), a postavio ih je EEC (eng. *European Economic Community*) te se tako stvorio standardizirani

jezik na kontinentu. Kako je EN standard postao obavezan 1988. godine, sve europske zemlje su ga prihvatile i zamijenile nacionalne norme [6].

Najčešći legirni elementi s kojima se legira aluminij su bakar, cink, magnezij, silicij, mangan i litij. Dodaci poput kroma, titana, cirkonija, olova, bizmuta i nikla se dodaju u malim količinama za poboljšanje određenih svojstava, a željezo je gotovo uvijek prisutno u iznimno malim količinama [7]. Glavni kriteriji za podjelu aluminijskih legura su kemijski sastav, način prerade i izrade proizvoda te način, mogućnosti i rezultati toplinske obrade. Podjela po kemijskom sastavu obuhvaća tehnički čisti aluminij (99,00 - 99,80% Al), elektrolitički čisti aluminij (99,99% Al) i aluminijske legure. Aluminijske legure se temelje na tehnički čistom aluminiju ili pretaljenom aluminiju (koji se najčešće dobiva recikliranjem sekundarnog aluminijskog legura) te je aluminij u takvom obliku najzastupljeniji. Po načinu prerade i izrade proizvoda postoje legure za lijevanje te legure za gnječenje. Podjela aluminijskih legura prema načinu, mogućnostima i rezultatima toplinske obrade dijeli legure na toplinski neočvrstive i toplinski očvrstive legure [8, 9].

Legure za lijevanje

Po definiciji, legure za lijevanje su namijenjene lijevanju poluproizvoda i gotovih proizvoda, pogotovo onih proizvoda koji imaju kompleksne geometrije. Ova vrsta legura je jako raširena te ima široku primjenu u modernim industrijama. Vodeći se različitim procjenama, 20-30% od svih aluminijskih proizvoda proizvedenih u svijetu koristi se za lijevanje konačnih proizvoda. Specifičnost kod legura za lijevanje je visok udio recikliranog (sekundarnog) aluminijskog legura. SAD, Zapadna Europa i Japan koriste 75 - 80% sekundarnog aluminijskog legura od ukupne mase materijala za lijevanje prilikom lijevanja novog proizvoda, što je nekoliko puta više nego udio sekundarnog aluminijskog legura za gnječenje [10].

Prednosti legura za lijevanje su nisko talište, dobra tečljivost gotovo svih legura, dobra kontrola veličine i strukture zrna, odlična površina proizvoda nakon lijevanja, niska topljivost plinova (osim vodika) te mogućnost očvršćivanja toplinskom obradom (precipitacijsko očvršćivanje). Nedostaci legura za lijevanje su visoka sklonost stezanju materijala (4 - 8%) i sklonost poroznosti koja se pojavljuje pri stezanju, visoka topljivost vodika, sklonost toplim pukotinama te niska žilavost. Mogući su razni načini lijevanja ove vrste legura, a neki od najčešćih su: kontinuirano lijevanje, lijevanje u pijesak ili kokile, niskotlačno lijevanje u kokile, visokotlačno lijevanje u trajne kalupe i centrifugalno lijevanje. Najčešće skupine legura za lijevanje su AlCu, AlMg, AlSi i AlZn [11].

Legure za gnječenje

Ova vrsta legura namijenjena je obradi plastičnom deformacijom, poput toplog ili hladnog valjanja, istiskivanja ili kovanja koje slijedi najčešće nakon lijevanja polukontinuiranim postupkom izravnog hlađenja vodom (eng. *Direct Chill Casting*) u blokove (ili neke druge vrste poluproizvoda) ili kontinuiranim postupkom u trake [12]. Neke od glavnih grupa legura za gnječenje su AlMg, AlMgSi, AlZnMg, AlCuMg i AlMn [9, 13].

2.1.2. ALUMINIJSKE LEGURE ZA GNJEČENJE

Glavna podjela aluminijskih legura za gnječenje zasniva se na kemijskom sastavu i mogućnosti očvršćivanja precipitacijom, tablica 1 [7].

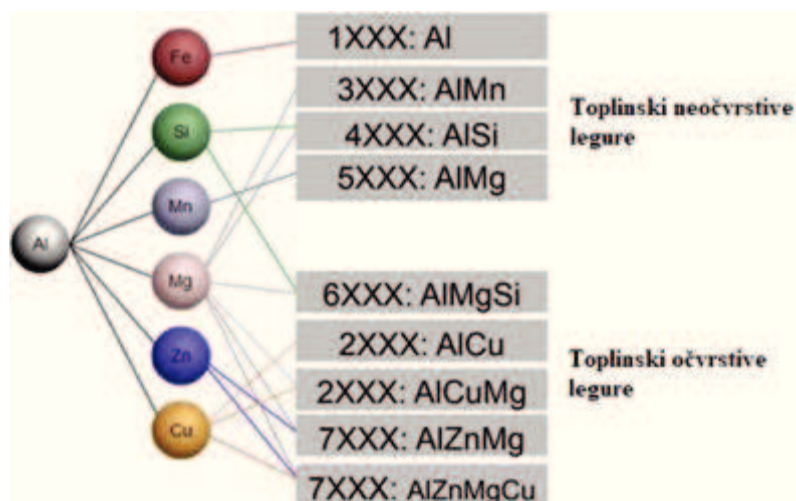
Tablica 1. Podjela i značajke aluminijskih legura za gnječenje [7]

Vrsta legure	Način očvršćivanja	Vlačna čvrstoća R_m [MPa]
AlMn	hladnom deformacijom	200-350
AlMg		
AlMgMn		
AlMgSi	precipitacijom	~330
AlCuMg		~450
AlZnMg		~400
AlZnMgCu		~550
AlLiCuMg		~500

Očvršćivanje hladnom deformacijom (eng. *work hardening, strain hardening, deformation hardening*) je fenomen gdje se čvrstoća materijala povećava tijekom hladne plastične deformacije. Ono je snažno povezano s interakcijama između pojedinačnih dislokacija i između dislokacija i prepreka unutar materijala, tj. očvršćivanje hladnom deformacijom ovisi o mikrostrukturi materijala [14]. Materijali koji su podvrgnuti očvršćivanju hladnom deformacijom mogu se dovesti do žilavog stanja žarenjem [15]. Legure koje očvršćivaju na ovakav način moraju imati dovoljnu čvrstoću u hladnom stanju te dobru korozijsku postojanost. Nedostatak ovih legura je nemogućnost naknadnog mijenjanja mehaničkih svojstava, osim već navedenim žarenjem [8].

Očvršćivanje precipitacijom (eng. *precipitation hardening*) je jedan od najšire korištenih mehanizama za očvršćivanje metalnih legura. Da bi legura očvrstnula na ovaj način, mikrostruktura se mora sastojati od krute otopine u kojoj se smanjuje topljivost krutih tvari sa smanjenjem temperature. Čvrstoća i tvrdoća nekih legura može se povećati formiranjem intermetalnih spojeva koji su jednako raspoređeni u obliku sekundarnih faza, u malim količinama u metalnom matriksu. Precipitacijske čestice služe kao prepreke dislokacijama i njihovom kretanju te tako legura očvršćuje [16]. Aluminijske legure koje očvršćivaju na ovakav način su AlCu, AlMgSi, AlCuMg i AlZn [17].

Slika 1 prikazuje podjelu aluminijskih legura za gnječene prema mogućnostima očvršćivanja toplinskom obradom [12]. Toplinski neočvrstive legure ustvari očvršćivaju deformiranjem u hladnom stanju, a toplinski očvrstive legure očvršćivaju precipitacijom [8, 9].



Slika 1. Podjela aluminijskih legura za gnječenje ovisno prema mogućnostima očvršćivanja toplinskom obradom [12]

Svaka aluminijaska legura za gnječenje ima određeno stanje koje govori o njenom metalurškom stanju [8]. Norma koja to propisuje je EN 515 [18]. Koriste se slova F, O, H, T ili W, a upućuju na osnovnu obradu, odnosno stanje legure. Iza njih slijedi brojevana oznaka do tri znamenke, ovisno o vrsti legure [19].

Sufiks **F** (eng. *as fabricated*) primjenjuje se na proizvodima dobivenim plastičnom deformacijom. Nakon te oznake nema brojevanih simbola. Sufiks **O** (eng. *annealed*) označava meko žareno stanje. Iza oznake može ići još samo jedna brojevana oznaka. Sufiks **H** se referira na materijale očvrstnute hladnom plastičnom deformacijom na kojima se može provesti žarenje. Primjenjuje se za skupine legura 1xxx, 3xxx, 4xxx i 5xxx. Sufiks **W** (eng. *solution heat treated*) označava toplinski obrađeno labilno stanje (rastopno žarenje). Koristi se samo kod legura koje nakon žarenja spontano otvrdnjavaju pri sobnoj temperaturi. Sufiks **T** predstavlja toplinsku obradu te se pomoću nje dobivaju svojstva koja su drugačija od onih dobivenih postupcima navedenim pod oznakama F, O ili H. Označava toplinski očvrstnuto stanje postignuto toplinskom obradom i nalazi primjenu samo kod toplinski očvrstivih legura aluminija, poput skupina 2xxx, 6xxx i 7xxx. Oznaku slijede jedan ili više brojeva koji označavaju specifičan redoslijed različitih postupaka koji metaluršku leguru dovode u željeno stanje. Ta stanja redom idu od T1 do T7 [8, 19].

Toplinski neočvrstive legure ne mogu povećati čvrstoću toplinskom obradom. Inicijalna čvrstoća tih legura određena je legirnim elementima (mangan, silicij i magnezij), a serije legura koje pripadaju u ovu skupinu su 1xxx, 3xxx, 4xxx i 5xxx. Dodatno očvršćivanje može se postići hladnom deformacijom. Legure iz ove skupine su duktilne i umjereno čvrste, ovisno o udjelu legirnih elemenata, a dolaze u stanju pod oznakom **O** ili **H**.

Toplinski očvrstive legure mogu očvrstnuti toplinskom obradom. Inicijalna čvrstoća tih legura određena je legirnim elementima (bakar, silicij, magnezij i cink) te su to legure iz serija 2xxx, 6xxx i 7xxx. Pošto topljivost tih legirnih elemenata (ili intermetalnih spojeva koji se formiraju s tim elementima) u krutom aluminiju ovisi o temperaturi, moguće je očvrstnuti legure iz ove skupine pomoću precipitacijskog očvršćivanja [20].

2.1.2.1. UTJECAJ LEGIRNIH I PRATEĆIH ELEMENATA NA ALUMINIJSKE LEGURE ZA GNJEČENJE

Legirni elementi koji se dodaju aluminijskim legurama mogu utjecati na fizikalna svojstva, poput gustoće, temperaturnog intervala taljenja, sadržaja topline, električne i toplinske vodljivosti. Ovisno o tome koji se element dodaje te smatra li se on legirnim elementom ili nečistoćom promatramo dobivena svojstva kao pozitivna ili negativna. Ako se toplinskom obradom legirni elementi mogu otopiti ili precipitirati, može doći i do promjene svojstava ovisno o stanju.

Aluminij je, kako je već navedeno, termodinamički reaktivan metal, no ima odličnu otpornost na koroziju - stvara se zaštitni sloj aluminijevog oksida koji je snažno vezan za površinu metala te se prilikom eventualnog oštećenja odmah počinje obnavljati. Elektrokemijska svojstva i otpornost na koroziju iznimno jako ovise o legirnim elementima koji stvaraju krute otopine, faze ili oboje. Gdje postoji mogućnost promjene u topljivosti krute faze s temperaturom, svojstva se mogu značajno mijenjati načinom toplinske obrade [8, 21].

Svaki od legirnih elemenata može postati nečistoća, ako se doda u količinama većim od dozvoljenih granica koje su propisane za dobivanje željenog proizvoda. Može se dogoditi situacija da neki elementi kompleksno reagiraju s drugim elementima i negativno utječu na sastav i svojstva taline, u toj mjeri da mogu dovesti do nastanka škarta cijelih šarži, a u konačnici i željenog proizvoda [8].

Jedan dio aluminija se također proizvodi i recikliranjem, odnosno iz otpada (sekundarni aluminij). Udio sekundarnog aluminija je poglavito važan u proizvodnji primarnog aluminija jer su velike energetske razlike u proizvodnji istih: 51,7 kWh/kg se troši u primarnoj proizvodnji, a 2,8 - 5,6 kWh/kg u sekundarnoj proizvodnji. No, samo recikliranje dolazi s nekim nedostacima, a to su već unaprijed dobivene legure s legirnim elementima koji mogu biti štetni pri proizvodnji primarnog aluminija. Stoga je važno sortiranje sekundarnog aluminija, maksimalno poznavanje kemijskog sastava otpada koji dolazi te što veće iskorištenje istoga [22].

U nastavku su dani elementi koji se najčešće dodaju legurama za gnječenje u obliku legirnih elemenata ili se mogu smatrati nečistoćama:

Željezo

- najčešći legirni element, gotovo je uvijek prisutan kod aluminijskih legura;
- njegova topljivost u tekućem aluminiju je visoka, u talini aluminija se otapa i njegova koncentracija brzo raste;
- topljivost u krutom aluminiju je vrlo niska [12], približno ~0,05% i iznad tog sadržaja željezo stvara grube intermetalne spojeve [8, 23];
- njegovi spojevi pomažu prilikom usitnjavanja zrna tijekom valjanja i međuzarenja materijala [12].

Mangan

- poboljšava čvrstoću i ako je prisutan kao kruta otopina i kao intermetalni disperzoid;
- pomaže prilikom usitnjavanja zrna;
- njegovi disperzoidi sprječavaju rast zrna te povećavaju temperaturu rekristalizacije;
- promovira nastajanje vlaknaste strukture prilikom tople prerade;

- koristi se za modificiranje morfologije intermetalnih spojeva na bazi željeza koji imaju tendenciju povećanja krhkosti [8, 12, 23].

Silicij

- nakon željeza je druga najzastupljenija nečistoća u aluminiju;
- kod gnječivih legura koristi se u kombinaciji s magnezijem do 1,5% da se dobije Mg_2Si faza u seriji 6xxx [8, 23].

Kalcij

- povećava topljivost vodika u tekućem aluminiju do 10 ppm;
- promovira tople pukotine;
- povećava specifičnu električnu provodljivost i utječe na rekristalizacijsko ponašanje.

Skandij

- pomaže prilikom kontrole veličine zrna.

Titan

- u komercijalnim aluminijским legurama prisutan je u količinama 10 - 100 ppm;
- smanjuje električnu provodljivost;
- koristi se za modificiranje veličine zrna i pomaže da ne nastaju pukotine prilikom skrućivanja;
- jedino u kombinaciji s borom njegove prednosti mogu doći do izražaja [12], bor već može biti prisutan u talini [8, 23].

Bor

- pomaže prilikom usitnjavanja zrna u dodatku 0,005 – 0,1%;
- veća efikasnost je kad se dodaje s titanom, komercijalni usitnjavači zrna imaju omjer Ti:B u iznosu 5:1;
- formira stabilne boride s prijelaznim elementima (V, Ti, Cr i Mo).

Krom

- pomaže prilikom usitnjavanja zrna;
- nakon anodizacije daje žutu boju aluminiju;
- smanjuje provodljivost, povećava čvrstoću i tvrdoću;
- poboljšava otpor na interkristalnu koroziju.

Vanadij

- koristi se za usitnjavanje zrna;
- smanjuje električnu provodljivost;
- povećava temperaturu rekristalizacije.

Cirkonij

- dodaje se u količini 0,1 - 0,3% u seriji 7xxx;
- formira vrlo fine disperzoide i pomaže prilikom kontrole veličine zrna, ima efekt oporavka i rekristalizacijske reakcije.

Kositar

- ako se doda u količini do 0,1%, nakon žarenja može doći do tamnjenja površine;
- ima negativan utjecaj, povećava sklonost koroziji prilikom segregacije na površini.

Antimon

- dodaje se AlMg legurama u malim količinama od 0,01 - 0,1 ppm;
- poboljšava otpornost na koroziju u slanoj vodi gdje stvara zaštitni Sb-oksikloridni film na površini;
- može se koristiti umjesto bizmuta da se izbjegnu tople pukotine kod AlMg legura.

Berilij

- iznimno štetan i otrovan element ako se pojavljuje u foliji namijenjenoj kontaktu s hranom i pićima.

Bizmut

- dodaje se AlMg legurama u količinama 20 - 200 ppm da se spriječe tople pukotine uzrokovane natrijem [12].

2.1.2.2. KLASIFIKACIJA ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE

Aluminijske legure za gnječenje označavaju se prema normama EN 573-1 i EN 573-2 [24, 25]. Norme su namijenjene tome da se već iz same oznake, tablica 2, može zaključiti o kojoj se leguri radi i kakvo je njeno metalurško stanje [8, 18, 24]. Označavanje se sastoji od:

- prefiksa EN iza kojeg je prazno mjesto,
- slova AW (eng. *A* - *aluminum*, *W* - *wrought*),
- crtice,
- četveroznamenaste oznake - označava kemijski sastav legure,
- dodatnog slova na kraju koje predstavlja metalurško stanje legure [8, 13, 18].

Tablica 2. Označavanje glavnih skupina Al legura prema EN 573-1 [8, 24]

Glavni legirni element	Brojčana oznaka	Kemijski simbol
Aluminij, $\geq 99,00\%$	EN AW-1xxx	EN AW Al
Bakar	EN AW-2xxx	EN AW AlCu
Mangan	EN AW-3xxx	EN AW AlMn
Silicij	EN AW-4xxx	EN AW AlSi
Magnezij	EN AW-5xxx	EN AW AlMg
Magnezij i silicij	EN AW-6xxx	EN AW AlMgSi
Cink	EN AW-7xxx	EN AW AlZn
Ostali elementi (Fe, Si)	EN AW-8xxx	EN AW AlFe
Neupotrijebljene grupe	EN AW-9xxx	EN AW Alxx

Drugi broj predstavlja modifikacije na leguri (kontrola od strane proizvođača) ili granicu nečistoća, odnosno čistoću aluminija. Broj „0“ predstavlja da nema kontrole, a brojevi od „1“ do „9“ označavaju različite razine kontrole nečistoća ili legirnih elemenata u tvornici. Zadnja dva broja kod svih skupina legura predstavljaju najčešće serijski broj, osim kod serije 1xxx gdje označavaju postotak aluminija iznad 99,00% [8].

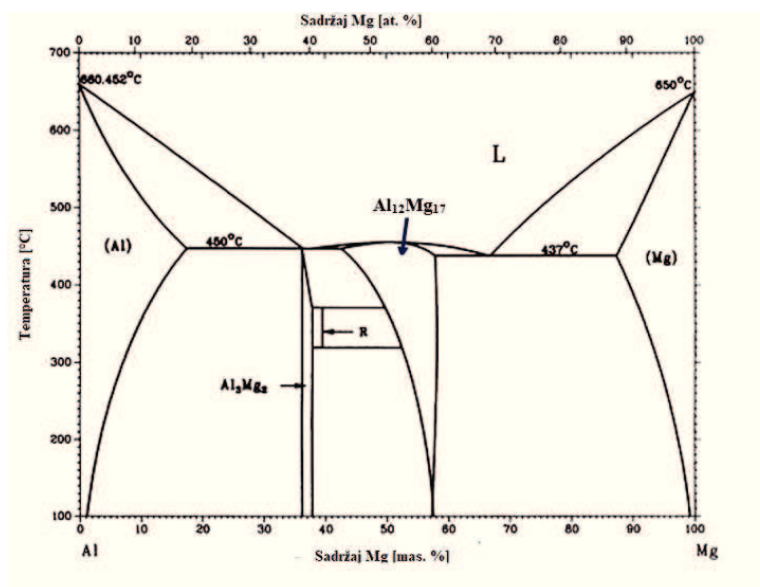
2.1.3. SERIJA 5XXX ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE

Glavni legirni element serije 5xxx aluminijskih legura za gnječenje je magnezij gdje je njegova maksimalna topljivost u aluminiju 17,4%, no u komercijalnim legurama taj postotak ne prelazi 5,5%. Slika 2 prikazuje glavne legirne elemente u ovoj seriji legura [12].

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ar
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ne
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	**	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn

Slika 2. Glavni legirni elementi kod serije 5xxx [12]

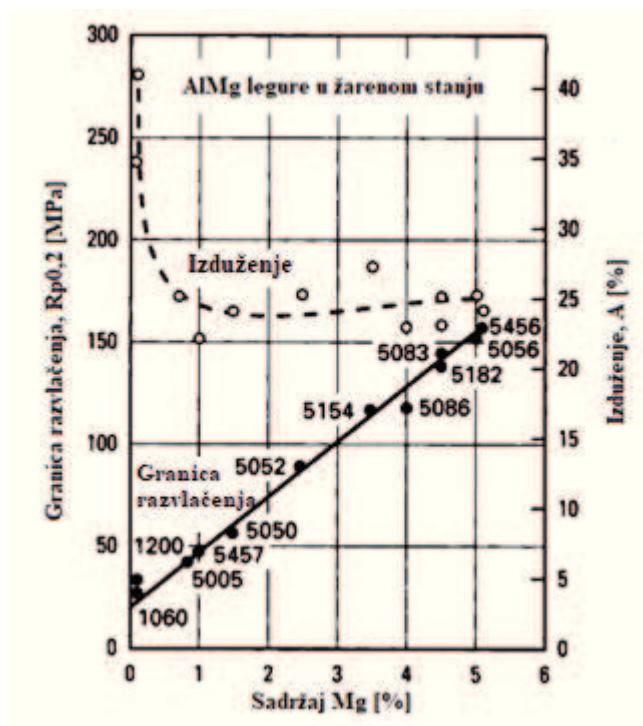
Ova serija legura je generalno čvršća nego legure serije 3xxx i dobro su obradive. Pokazuju iznimnu korozivnu otpornost, pogotovo u uvjetima morske atmosfere i u tom pogledu su superiorne spram ostalih serija legura. No, pri udjelu magnezija > 3%, legure postaju podložne interkristalnoj koroziji pri višim temperaturama [12, 23]. Slika 3 prikazuje binarni fazni dijagram Al-Mg [12].



Slika 3. Binarni fazni dijagram Al-Mg [26]

Slika 3 prikazuje ravnotežne krute faze u binarnom Al-Mg dijagramu: dvije krute otopine (α -faza (Al) i δ -faza (Mg)) i tri intermetalne faze (β -faza (Al_3Mg_2), spoj R i γ -faza ($\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$)) [24]. Iz binarnog dijagrama može se očitati niz karakterističnih točaka. Al_3Mg_2 je karakteristična intermetalna faza koja nastaje pri oko 38,5 at.% Mg. No, legure iz serije 5xxx su sklone koroziji uvjetovanoj naprežanjem (interkristalna korozija) te može doći do pucanja prilikom izlaganja toplini. To je posljedica formiranja navedene β -faze po granicama zrna. Navedena faza nije poželjna zato što je iznimno tvrda i nije pogodna za oblikovanje deformiranjem. No, legure s 38,5 at.% Mg imaju vrlo nisku temperaturu skrućivanja kod 450 °C i ne mogu se upotrijebiti kao legure za lijevanje jer eutektik sadrži 80% tvrde i krhke β -faze. Stoga se najčešće koriste AlMg legure s područjem ispod 18% Mg [8, 27]. S većim

udjelom magnezija opada sposobnost oblikovanja ovih legura, no poboljšavaju se mehanička svojstva. Slika 4 pokazuje utjecaj sadržaja magnezija na mehanička svojstva [8, 23, 27].



Slika 4. Utjecaj Mg na mehanička svojstva nekih legura serije 5xxx [23]

Osim magnezija, serija 5xxx se još može legirati s kromom, manganom, titanom, vanadijem, berilijem i galijem. To su toplinski neočvrstive legure koje očvršćuju hladnom deformacijom. Učinkovitost očvršćivanja hladnom deformacijom povećava se s višim udjelom magnezija. Raspon viših temperatura pri kojima se radi s ovom serijom je 260 - 510 °C. Legure ove serije imaju srednje do visoka mehanička svojstva s relativno visokom žilavošću u žarenom stanju (do 25%) te su dobro zavarljive [28]. Dodatak magnezija znatno povećava čvrstoću aluminijske legure bez nepotrebnog smanjenja duktilnosti [23].

Navedena serija legura najčešće se koristi za proizvodnju folija s visokom čvrstoćom, kontejnere, spremnike za goriva, spremnike za tekućine, konstrukcije za brodogradnju, u arhitekturi i automobilskoj i željezničkoj industriji [28, 29].

Aluminijska legura EN AW-5083

Legura EN AW-5083, kemijskog simbola EN AW-AlMg4,5Mn0,7 [30] je teško gnječiva, toplinski neočvrstiva legura aluminijska s magnezijem [29, 30], a uvelike se koristi za konstrukcije, u automobilskoj industriji, brodogradnji i za ambalažu zbog svojih višestrukih prednosti: dobra žilavost, strojna obradljivost, zavarljivost, čvrstoća i otpornost na koroziju. To je legura koja pripada seriji 5xxx i glavni legirni element joj je magnezij (prosječni udio 4 - 5%) te s relativno visokim udjelom mangana (0,4 - 1,0%) [30]. Norma EN 573-3 određuje kemijski sastav navedene legure koji je prikazan u tablici 3 [30].

Tablica 3. Normom [30] propisan kemijski sastav aluminijske legure EN AW-5083

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	ostali elementi		Al
								pojedini	ukupno	
<0,40	<0,40	<0,10	0,40-1,00	4,0-4,9	0,05-0,25	<0,25	<0,15	<0,05	<0,15	ostatak

Željezo i silicij predstavljaju glavne nečistoće u leguri EN AW-5083. Kod aluminijskih legura željezo se uglavnom kombinira s drugim elementima da bi se formirali željezom bogati intermetalni spojevi tijekom skrućivanja. Kod EN AW-5083 legure, željezo u kombinaciji s manganom formira grubu intermetalnu fazu $Al_6(Fe,Mn)$ te se smatra da je ta faza najviše zaslužna za smanjena vlačna svojstva legure zbog svojih krhkih svojstava te nakupina naprezanja u obliku iglica. Zbog toga se željezo mora držati pri vrlo niskim udjelima, čak ispod 0,15%, da se izbjegne stvaranje željeznih intermetalnih faza. Poželjni su što manji udjeli željeza i silicija, no to implicira manje korištenje sekundarnog aluminijskog, a samim time se povećavaju troškovi proizvodnje. Zbog toga se u talinu dodaje mangan da modificira željezom bogate intermetalne faze, no velik udio mangana u talini smanjuje mehanička svojstva legure [31]. U tablici 4 dana su fizikalna i mehanička svojstva aluminijske legure EN AW-5083 [28, 29, 32].

Tablica 4. Fizikalna i mehanička svojstva aluminijske legure EN AW-5083 pri 20 °C [28, 29, 32]

Svojstvo	Vrijednost
gustoća	$2,66 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$
raspon taljenja	575 - 638 °C
modul elastičnosti	71 GPa
toplinsko širenje (20 °C)	$23,8 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$
specifični toplinski kapacitet	900 J/(kgK)
toplinska provodljivost	117 W/(mK)
električni otpor	$5,98 \cdot 10^{-8} \text{ } \Omega\text{m}$
vlačna čvrstoća (žareno stanje)	290 MPa
granica proporcionalnosti (žareno stanje)	110 MPa
izduženje (žareno stanje)	22%
tvrdoća (žareno stanje)	77 HB
temperatura žarenja	343 °C

Jedno od svojstava aluminijskih legura iz serije 5xxx je da mogu biti izložene niskim temperaturama bez da to utječe na njihovu strukturu. To povećava kriogeno korištenje aluminijskog, npr. u tankovima za prenošenje metana. Te legure se također koriste za konstrukciju brodova koji istražuju polarna podneblja. Duže držanje legure pri niskim temperaturama ne utječe na promjenu mehaničkih svojstava, niti nakon što se legura vrati na sobnu temperaturu [33].

Važno je napomenuti da kemijski sastav ima velik utjecaj na fizikalna i mehanička svojstva aluminijske legure EN AW-5083, gdje se vlačna svojstva legure smanjuju kako se udjeli Fe i Si elemenata u leguri povećavaju (glavne nečistoće). Prema istraživanju Liu *et al.* [31] aluminijske legure EN AW-5083, no s drugačijim kemijskim sastavom Al-5Mg-0.8Mn, uočeno je da vlačna čvrstoća i izduženje nemaju toliki pad vrijednosti s povećanim udjelima Fe i Si te legura još uvijek može zadovoljiti standardizirana mehanička svojstva. Fe i Si imaju

efekt usitnjavanja intermetalnih faza, s tim da se legura kontinuirano lijevala u trake, s brzim hlađenjem [31].

Zbog svojih iznimnih svojstava pri kriogenim temperaturama, aluminijska legura EN AW-5083 je pogodna za korištenje u polarnim predjelima, ali i pri građenju mostova, morskih konstrukcija, opreme za kemijsku proizvodnju te za spremanje i transport kriogenih fluida. EN AW-5083 u „O“ stanju – meko žareno stanje, koristi se za konstrukciju velikih sferičnih spremnika za prekooceanski transport prirodnog plina pri temperaturama -116,2 °C. Zbog dobrih mehaničkih svojstava pri niskim temperaturama EN AW-5083 legura zadovoljava prohtjeve gradnje spremnika za prirodni plin [34]. Tipičan sferičan spremnik za transport prirodnog plina ima promjer 38,1 m te debljinu lima 20,32 cm u horizontalnom promjeru, gdje su limovi međusobno zavareni [35]. Sličnu upotrebu kao legura EN AW-5083 imaju legure iz iste serije, poput EN AW-5754 i EN AW-5182 koje se koriste u automobilskoj industriji za vanjsku konstrukciju automobila, jer su zahtjevi također visoka čvrstoća i otpornost na koroziju, dok se legura EN AW-5754 koristi i za unutarnju građu automobila [12].

Dobar primjer korištenja legura iz serije 5xxx je Foresmo most u sjevernoj Norveškoj, gdje su se te legure koristile za nosače u nastojanjima da se aluminij implementira u gradnju mostova. Legure iz serije 5xxx su pogodne jer se jednostavnije i brže prenose na odredišno mjesto, slažu se još u tvornici, a ne na mjestu rada te ne ometaju okolni promet [35].

2.2. TEHNOLOGIJA LIJEVANJA

Tri su osnovne grupe procesa industrijskog lijevanja aluminija: lijevanje blokova za pretalijvanje; lijevanje blokova, trupaca, šipki i traka za daljnju preradu deformiranjem postupcima istiskivanja, kovanja, valjanja i drugih te lijevanje različitim procesima u oblike prikladne za konačnu upotrebu bez daljnje deformacije. Taliti se mogu dvije vrste sirovina: primarni i sekundarni aluminij. Primarni metal može se lijevati direktno iz lonca ili se može legirati u peći za držanje, a zatim ide na lijevanje na liniji za lijevanje blokova [36].

2.2.1. TEHNOLOGIJA LIJEVANJA ALUMINIJSKIH BLOKOVA POSTUPKOM IZRAVNOG HLAĐENJA VODOM

Tehnologija lijevanja aluminijskih blokova postupkom izravnog hlađenja vodom ili DC postupak (eng. *Direct Chill Casting*) je postupak koji je najbolje pokazao kako se inženjerska genijalnost uvijek podudarala sa zahtjevima industrije i suočavala s izazovima novih materijala i proizvoda. DC postupak je relativno nova tehnologija lijevanja aluminija koja se ubrzano razvija. Postupak je izumljen još 1938., no ubrzani razvoj za vrijeme Drugog svjetskog rata koji je zahtijevao veće blokove za vojnu industriju je pogodio da ova tehnologija postane komercijalan postupak za proizvodnju blokova neželjeznih metala koji idu na daljnju obradu.

DC postupak je polukontinuirani postupak lijevanja u kojem vodom hlađena kokila inicira prvi dio skrućivanja metala. Koristi se za lijevanje aluminijskih blokova namijenjenih valjanju te cilindričnih trupaca namijenjenih istiskivanju i kovanju. Prosječna veličina trupaca za istiskivanje je 200 mm u promjeru, a blokovi za valjanje imaju dimenzije 1500 x 500 mm.

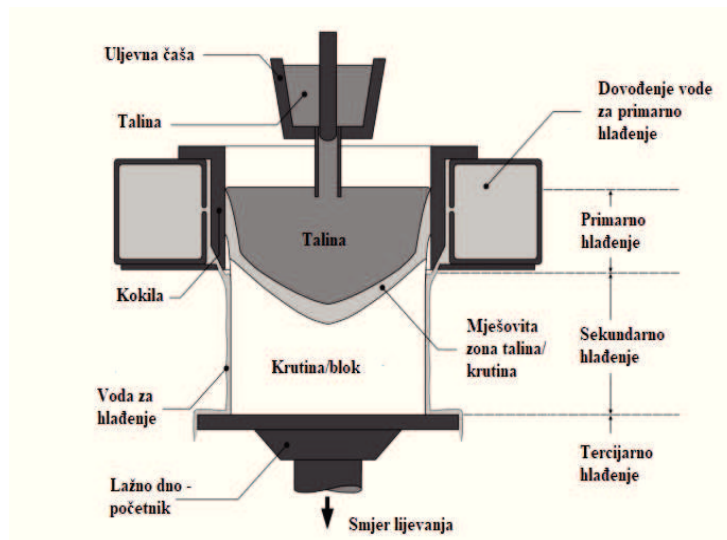
Razlikuju se vertikalno DC lijevanje (VDC) i horizontalno DC lijevanje (HDC). U Europi prevladava VDC postupak kojim se lijeva velik broj legura poluproizvoda različitih veličina, u manjim šaržama. VDC postupak još se naziva i bezdano lijevanje. Odvija se gravitacijski prema dolje u jamu.

Legure za gnječenje se mogu lijevati u nekoliko tipova poluproizvoda, poput trupaca, blokova te raznih profila i oblika za kovanje. Postupak je sličan kontinuiranom lijevanju, no za razliku od njega „žila“ se ne nastavlja beskonačno, nego se prekida kad se dobije odgovarajuća duljina bloka [36 - 38].

Podaci iz 2012. prema Kopeliovichu [37] ukazuju da se više od 40 milijuna tona aluminijske legure lijevalo DC postupkom. Ovakav način lijevanja direktno utječe na mehanička, fizikalna i kemijska svojstva materijala te na samu produktivnost konačnog proizvoda pa im je glavna primjena za proizvodnju prijevoznih sredstava, u zgradama te raznim drugim granama. Za vrijeme DC postupka potrebno je kontrolirati kvalitetu lijevanja, istovremeno smanjiti troškove i povećati proizvodnju sa što manjim negativnim utjecajem na okoliš i visokom razinom sigurnosti [37].

2.2.2. POLUKONTINUIRANI VERTIKALNI POSTUPAK LIJEVANJA IZRAVNIM HLAĐENJEM (VDC)

U vertikalnom DC postupku dimenzije kokile odgovaraju poprečnom presjeku blokova koji će se lijevati. Prije početka lijevanja diže se lažno dno u svaku kokilu koja se sa svake strane hladi vodom iz mlaznica koje su ugrađene u donji rub kokile. Nakon što se to napravi, kreće postupak lijevanja. Tekući metal teče iz lijevačke peći u uljevu čašu te dolazi u prostor između kokile i lažnog dna. Lažno dno se nalazi u produžetku kokile, a čim nivo tekućeg metala u kokili dostigne zadanu razinu, lažno dno se počinje polako i jednolično spuštati, povlačeći za sobom metal koji se počinje lagano skrućivati. Isto tako voda više ne prska lažno dno već direktno na tanku koru bloka koja je nastala u doticaju taline s kokilom. To je učinkovit način odvođenja topline skrućivanja. Tri su stupnja hlađenja - primarno, sekundarno i tercijarno. Konstantno se održava nivo taline u kokili, a istovremeno se lažno dno nastavlja spuštati. Hidraulika omogućava bloku koji se skrućuje da se ujednačeno spusti u lijevački bazen do pune dužine. Kad blok postigne željenu dužinu, lijevanje se prekida što predstavlja glavnu razliku između ovog i kontinuiranog načina lijevanja [8, 38]. Shematski prikaz VDC postupka dan je na slici 5 [38].

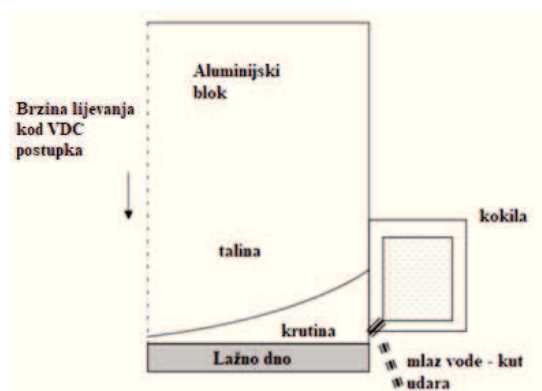


Slika 5. Shematski prikaz VDC postupka [38]

Stupnjevi hlađenja u bloku

Primarno hlađenje vodom formira tanku koru na metalu koja je posljedica odvođenja topline. Hlađenjem se formira tanka kora na metalu, no unutarnja jezgra je još uvijek polukruta/tekuća. Primarno hlađenje ovisi o vremenu, tj. visini taline koja se nalazi unutar kokile te se formiraju dva različita područja: područje izravne veze metal/kokila i područje ponovnog zagrijavanja tekuće jezgre metala uzrokovano zračnim zazorom. Na početku metal direktno dodiruje stijenke kokile te je brzina prijenosa topline iznimno visoka. Na kraju tog procesa formira se značajan prazni međuprostor - zračni zazor, između metala i kokile te se skrutnuta kora odvaja od stijenke kokile. Kod VDC postupka zračni zazor se kod primarnog hlađenja stvara oko cijelog obujma kokile. Stvaranjem zračnog zazora prijenos topline kroz kokilu se počinje naglo smanjivati i tekuća jezgra se dalje može zagrijavati. Primarnim se hlađenjem odvodi oko 20% topline.

Sekundarnim hlađenjem se temperatura spušta ispod solidusa te se tako odvodi 95% topline, a voda se prska direktno na krutu koru. Sekundarno hlađenje počinje spuštanjem bloka ispod dna kokile te se posljedično jako malo topline odvede preko stijenki kokile. Kod sekundarnog hlađenja mlaz vode je direktno usmjeren na skrutnutu koru, slika 6, gdje voda izlazi iz mlaznica na dnu kokile. Stvara se vodeni film tijekom cijele dužine bloka [36, 38 - 40].

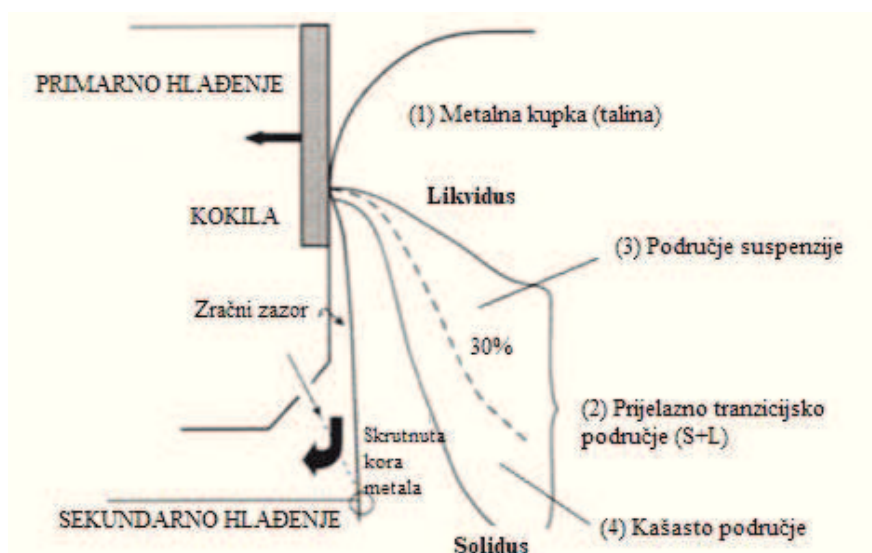


Slika 6. Shematski prikaz usmjeravanja mlaza vode na skrutnutu koru tijekom sekundarnog hlađenja VDC postupkom [40]

Tercijarno hlađenje služi za dovođenje temperature bloka do konačne temperature [36-38].

Oblik i dimenzije lijevka u bloku za vrijeme lijevanja

Razni procesi proizvodnje uključuju fazu skrućivanja, poput lijevanja [41], a blokovi koji se lijevaju DC postupkom imaju nekoliko zona s potpuno različitim karakteristikama. Slika 7 prikazuje shematski prikaz zona unutar bloka s likvidus i solidus izotermama i koherencijskom izotermom koja se naziva i front skrućivanja [36, 42].



Slika 7. Shematski prikaz zona u bloku tijekom DC lijevanja s koherencijskom izotermom označenom na 30% krute faze [39]

- 1 = metalna kupka (talina)
- 2 = prijelazno (tranzicijsko) područje
- 1 + 2 = sabirna jama (lijevnik, krater)
- 3 = područje suspenzije
- 4 = kašasto područje

Procesne varijable određuju toplinske uvjete lijevanja te tako i temperaturnu raspodjelu u različitim dijelovima bloka. Procesne varijable, sa sastavom legure, određuju dimenzije i geometriju prijelaza između tekućih i krutih područja u bloku. Lijevnik se sastoji od metalne kupke (1) i prijelaznog područja (2). Prijelazno područje je omeđeno likvidus i solidus izotermama te se dalje dijeli na područje suspenzije (3) i kašasto područje (4). Granicu između (3) i (4) predstavlja koherencijska izoterma pri 30% krute faze [23]. Stanje koherencije se definira kao trenutak kad se kruta zrna (najčešće dendriti) počnu sudarati jedni s drugima i formiraju makroskopski koherentnu strukturu [31]. Područje ispod koherentne zone se naziva kašasto područje, a područje između likvidusa i koherencijske izoterme se naziva suspenzijsko područje [28]. Kod komercijalnih aluminijskih legura namijenjenih gnječenju, a koriste se u DC lijevanju, udio krute faze gdje se događa taj prijelaz je između 0,2 i 0,33 [36, 39].

Položaj izoterma unutar bloka ili trupca se može izraziti ravnotežom između ulazne konvektivne topline $\rho V W \bar{c}_{pl}$ (gdje je ρ gustoća [kg/m^3], c_{pl} je specifična toplota taline [J/K], V je brzina lijevanja [m/s] i W je duljina puta odvođenja topline difuzijom [m]), toplinskom vodljivosti λ [W/mK] te primarnim i sekundarnim hlađenjem na površini bloka/trupca koji su opisani koeficijentom prijenosa topline h [$\text{W/m}^2\text{K}$]. Dva bezdimenzijska

broja koja se koriste u literaturama da okarakteriziraju tu ravnotežu su Pecletov i Biotov broj [38].

Biotov broj (Bi), predstavljen jednadžbom (1), se može interpretirati kao odnos između prijenosa topline na površinu (konvekcije) i provođenja topline (kondukcije) unutar bloka/trupca. Uobičajene vrijednosti Biotovog broja za DC postupak lijevanja aluminija iznose $2 < Bi < 60$ [27, 28]. Matematički je Biotov broj izražen:

$$Bi = \frac{hW}{\lambda} \quad (1)$$

gdje h predstavlja koeficijent prijenosa topline [W/m^2K], W je duljina trupa [m] i λ je toplinska vodljivost [W/mK].

Pecletov broj (Pe) je odnos između prijenosa (konvekcije) i provođenja (kondukcije) topline u smjeru lijevanja. Uobičajena vrijednost za Pecletov broj u DC postupku lijevanja aluminija iznosi $1,8 < Pe < 4,8$. Matematički se izražava:

$$Pe = \frac{V_c W}{\lambda} \quad (2)$$

gdje je V_c brzina lijevanja [m/s]. Niska vrijednost Pecletovog broja kod aluminija objašnjava zašto se krutina, odnosno kora tijekom DC postupka formira u smjeru zakrivljenosti vodenog mlaza. Kod DC postupka su i difuzija i konvekcija iznimno snažne i jake [27].

U praksi se kod DC postupka može vidjeti direktna veza između brzine hlađenja i dubine lijevka te brzine hlađenja i brzine skrućivanja. Tako su svi odnosi između oblika i dimenzije lijevka, brzine lijevanja i prijelaznog područja, određeni fizikalnim svojstvima legure, dimenzijama blokova/trupca i procesnim parametrima.

Dubina lijevka H je jedna od karakterističnih odlika postojećeg profila skrućivanja kod DC postupka. Sama dubina ovisi o vrsti legure koja se lijeva, brzini hlađenja i veličini bloka/trupca. Obično iznosi 0,7 polumjera bloka/trupca. Jednadžba (3) prikazuje odnose dubine lijevka s polumjerom, brzinom lijevanja i toplinskim provođenjem legure:

$$H = \frac{Ar^2 V_c}{4\lambda_s(T_m - T_s)} \quad (3)$$

gdje je H dubina lijevka [m], λ_s toplinska vodljivost krute tvari [W/mK], T_m temperatura taljenja legure [K], T_s temperatura površine bloka ili temperatura rashladnog medija vode [K], a A je koeficijent za koji vrijedi jednadžba (4):

$$A = \Delta H_f \rho_s \frac{c_s \rho_s (T_m - T_s)}{2} \quad (4)$$

gdje je ΔH_f latentna topline skrućivanja [J/mol], ρ_s gustoća krute tvari [kg/m^3], c_s specifična topline krute tvari [J/kgK]. Koeficijent A ovisi o vrsti legure i određuje temperaturu skrućivanja legure.

Pravilo koje govori da je odnos između debljine lijevka i polumjera bloka/trupca konstantna je direktna posljedica jednadžbe (3):

$$V_c r = const. \quad (5)$$

Brzina lijevanja se u praksi smanjuje povećanjem promjera ili debljine bloka.

Navedene jednadžbe (1) - (5) vrijede za blokove i trupce ako se u istim jednadžbama zamijeni polumjer bloka/trupca s debljinom bloka. Dimenzije prijelaznog područja se ne mijenjaju jednako duž poprečnog presjeka bloka/trupca. Prijelazno područje ima tendenciju širiti se prema središnjem dijelu bloka/trupca [36, 38, 40].

Utjecaj brzine skrućivanja i brzine hlađenja tijekom lijevanja

Brzina skrućivanja ovisi o brzini lijevanja V_c prema jednadžbi (6):

$$V_s = V_c \cos \alpha_n \quad (6)$$

gdje je V_s brzina skrućivanja [m/s], a α_n kut između osi bloka i normale na fronti skrućivanja [°]. Karakteristika DC postupka je da lijevak ne mijenja oblik tijekom stacionarne faze lijevanja.

Gledajući da su brzina lijevanja i uvjeti hlađenja konstantni tijekom cijelog DC postupka lijevanja, lokalna brzina skrućivanja i toplinski gradijent G se ipak mijenjaju s položajem uzduž fronte skrućivanja. Brzina skrućivanja je maksimalna u centru i na rubovima bloka - tad je kut $\alpha_n=0$ (fronta skrućivanja je ravna). Minimalna brzina skrućivanja postiže se u sredini radijalne pozicije, gdje je fronta skrućivanja najstrmija [36, 38, 40].

2.2.3. PARAMETRI LIJEVANJA ZA VRIJEME DC LIJEVANJA

Kontrola procesnih parametara lijevanja u korelaciji s dimenzijama kokile, rezultira konačnim poluproizvodom zahtijevane kvalitete [39]. Parametri lijevanja se najčešće dijele na ulazne, konstantne, slučajne i izlazne. *Konstantni* parametri predstavljaju one koji se ne mogu mijenjati, poput dimenzija kokile, dužine bloka i temperature okoline. *Slučajni* parametri se ne mogu predvidjeti i obuhvatiti mjernim uređajima. Djeluju nepredvidljivo i mogu utjecati na izlazne veličine - začepljenje filtra, nestanak vode za hlađenje itd. *Ulaznim* parametrima se može upravljati tijekom procesa i imaju direktan utjecaj na izlazne veličine; to su temperatura i brzina lijevanja, visina taline u kokili, protok i temperatura rashladne vode. *Izlazni* parametri su veličine koje su određene ravninom bloka, mikrostrukturom, pukotinama i segregacijama [36].

Brzina lijevanja

Brzina lijevanja ima najveći utjecaj na bilancu ulaz/izlaz topline te je tako najvažniji parametar lijevanja. Ponekad zahtjev za povećanjem debljine bloka ne zahtijeva promjenu u brzini lijevanja. Utjecaj toga se reflektira u promjenama u visini lijevka i to će posljedično utjecati na bilancu ulaz/izlaz topline koja je potrebna da se održi kvaliteta lijevanog bloka [39].

Brzina lijevanja ima velik utjecaj na proces hlađenja - veća brzina lijevanja osigurava polagano hlađenje. Isto tako vrijedi i suprotno - mala brzina lijevanja znači brzo hlađenje. Ta brzina ima iznimno velik značaj jer ako je prevelika brzina lijevanja postoji bojazan da će ponestati potrebne količine taline i za posljedicu imati šupljine u bloku (usahline, lunker) [36, 38]. Larouche *et al.* [43] su objasnili kako se povećanjem brzine lijevanja istovremeno mora odvesti dovoljno topline da bi skrućivanje metala bilo zadovoljavajuće. Brzina lijevanja utječe i na veličinu lijevka - veća brzina rezultira većom duljinom lijevka i obrnuto [38, 43].

Preporuča se da su unaprijed zadane brzine lijevanja za svaku leguru i vrstu proizvoda, a brzina se može mijenjati ovisno o promjeni godišnjeg doba i temperaturi zraka i vode. Mjerenja brzine lijevanja zahtijevaju točnost i preciznost, posebice zbog toga što je većina proizvoda teška po nekoliko tona te su samim tim tolerancije na pogrešku vrlo male [39].

Temperatura lijevanja

Utjecaj temperature lijevanja na bilancu ulaz/izlaz topline je malo manji od utjecaja brzine lijevanja, no temperaturu lijevanja je znatno teže kontrolirati nego brzinu. Zbog toga se „dozvoljavaju“ odstupanja temperature lijevanja za ± 25 °C. Minimalna temperatura lijevanja je tipično 20 °C iznad temperature likvidusa legura prilikom ulaska taline u kokilu [39].

Temperatura lijevanja ovisi također koliko je ljevalica udaljena od ljevačke peći. Sama temperatura lijevanja nema pretjerano velik utjecaj na prijenos topline tijekom procesa. Temperatura se mora održavati konstantnom, a što je niža temperatura lijevanja finije je zrno. Prosječne temperature lijevanja komercijalnih aluminijskih legura su 690 - 725 °C [36, 38].

Protok rashladne vode i temperatura

Protok rashladne vode unutar kokile je važan parametar prilikom DC postupka lijevanja aluminijskih legura. Povećanje toka vode promovira veće odvođenje topline iz taline te istovremeno može utjecati na visinu lijevka. Postoji minimalna vrijednost protoka vode koja se može koristiti u DC postupku da osigura dovoljno odvođenje topline prije nego blok napusti kokilu i da se izbjegne probijanje tekućeg metala kroz koru. Visina lijevka varira ovisno o intenzitetu hlađenja; za $Bi < 4$ povećanje hlađenja rezultira značajnim smanjenjem visine lijevka, dok daljnje hlađenje ima minimalne posljedice za visinu lijevka i ostale karakteristike dimenzija bloka, poput debljine krute kore i debljine kašaste zone unutar bloka [38].

Minimalna količina protoka rashladne vode koja se koristi u ovom procesu lijevanja i iznosi oko 80 m³/h. Protok rashladne vode tijekom procesa kontinuirano raste, a u stacionarnoj fazi iznosi oko 120 m³/h. Ona omogućuje da se dovoljno topline odvede prije nego blok napusti prostor kokile te da ne dođe do puknuća kore i izlijevanja tekućeg metala. Prevelik mlaz vode može uzrokovati i nekontrolirano miješanje vode i tekućeg metala te može doći do eksplozije [36, 38].

Alternativni način koristi injektiranje CO₂ u vodu koja se dalje koristi za hlađenje bloka. Topljivost CO₂ u vodi je obrnuto ovisna o temperaturi - ako hladna voda sadrži CO₂ i dođe u doticaj s vrućom površinom proizvoda u zoni hlađenja ispod kokile, CO₂ izlazi u obliku plina te formira mjehuriće plina u vodi te tako smanjuje koeficijent prijenosa topline. Injektiranje CO₂ se prekida prilikom početka lijevanja. Ova tehnologija zahtjeva visoku kontrolu svojstava vode (temperature i sastava).

Treća tržišno dostupna tehnologija - Wagstaff Dual-JetTM koristi dvije mlaznice pozicionirane blizu rupa vodenog ispusta dvaju redova kokile. Razmještaj samih rupa vodenog ispusta u donjem redu razlikuje se od razmještaja onih u gornjem redu te se sami kutovi (nagibi) rupa razlikuju ovisno o poziciji u danom redu. Interakcija dvaju mlaznica koje dotiču površinu pri različitim kutovima povećava jednolikiju zonu prskanja vodom te se tako dobiva bolje hlađenje bloka u zoni ispod kokile. Sustav je relativno kompleksan i koristi se jedino za lijevanje traka [36].

Visina taline u kokili

Na početku lijevanja meniskus kontinuirano raste za 15 - 20 mm. Stacionarna faza priželjkuje i stacionarne vrijednosti meniskusa. Kod visokog meniskusa se odvaja dio metala na rubu kokile te je to štetno zbog toga što dolazi do gubitka pravilne geometrije lijevka i

dolazi do nastanka iznožavanja na površini ljevka. Cilj je dobiti ljevak sa što nižim meniskusom [36, 43]. Visina taline u kokili se generalno smatra manje važnim parametrom ljevanja od brzine ljevanja [44].

Navedeni parametri imaju mogućnosti utjecati na dužinu formiranog krutog dijela te na odnos između ljevka tekućeg metala i formiranja krute kore. Također, parametri ljevanja mogu utjecati na obim skupljanja materijala prilikom skrućivanja te tako i na veličinu proizvoda te na naprezanja koja se stvaraju prilikom ljevanja, a konačno utječu i na nastajanje grešaka. Kad se postavljaju parametri ljevanja za specifičnu leguru i proizvod, također treba uzeti u obzir i individualni utjecaj svakog od parametara ljevanja, njihov zajednički utjecaj i utjecaj na pojedinačna svojstva ljevanog proizvoda. Zajednički utjecaj parametara je kompleksan te je nužno usko održavati suradnju između znanosti i prakse, iako je još uvijek teorija teško primjenljiva u praksi [36].

2.2.4. LIJEVANA STRUKTURA I KVALITETA POVRŠINE LIJEVANOG BLOKA

Nakon ljevanja bloka, cilj je dobiti sitnu i homogenu zrnatu strukturu. Jednolika struktura će olakšavati kasniju obradu kojoj je blok namijenjen, a intermetalne faze će se jednoliko distribuirati. Odgovarajuća veličina zrna u gnječivim proizvodima je poželjna i zbog jednolikih mehaničkih svojstava. Veličina zrna (prosječna veličina i morfologija) je važan parametar koji utječe na greške, poput toplih pukotina. Kod DC ljevanja veličina zrna ovisi o sastavu legure i o usitnjavanju zrna, a na sve to utječe brzina hlađenja bloka. Poznato je da modifikacija zrna ima velik utjecaj na veličinu zrna, što će biti kasnije i objašnjeno.

Veličina zrna ima tendenciju rasta od površine bloka prema njegovoj sredini, odnosno zrno se pogrubljuje u centru bloka te su takva zrna od površine bloka otprilike udaljena 15 - 20 mm (posljedica direktnog hlađenja vodom) [8, 45]. Sama kora bloka ima 5 - 20 mm debelu sitnozrnatu strukturu koja može prouzročiti probleme. Što je visina metala u kokili niža, površina je finija. Modernije tehnologije koriste elektromagnetsko miješanje u kokilama koje eliminira zračnost. Toplina se odvodi direktnim hlađenjem vodom te se dobiva fina, glatka površina s ujednačenom strukturom ispod površine te bez segregacijskih zona tipičnih za DC ljevanje.

Gruba i neravna površina DC ljevanih blokova može biti problematična i te greške (poput iznožavanja i površinskih segregacija) se moraju ukloniti da bi se dobila zadovoljavajuća kvaliteta bloka. Ljevanim blokovima namijenjenim za naknadno valjanje odstranjuje se površinski sloj glodanjem, a trupci za izvlačenje se moraju istokariti prije daljnje obrade [8].

2.3. USITNJAVANJE ZRNA ALUMINIJSKIH LEGURA ZA GNJEČENJE

Mikro- i makro struktura ljevanog proizvoda iznimno je važna gledano iz perspektive samog ljevanja, naknadne obradljivosti, kvalitete bloka i mehaničkih svojstava. Fina, sitnozrnata struktura treba biti jednolika u poprečnom presjeku bloka, a istovremeno se trebaju izbjegavati velike zone stubičastih i zamrznutih kristala, s manje makrosegregacija te

je cilj dobiti jednolika i poboljšana mehanička svojstva u polukrutom i krutom stanju s minimalnom tendencijom ka stvaranju toplih i hladnih pukotina. Stoga je nužno obaviti usitnjavanje zrna aluminijских legura prije samog skrućivanja [36].

Efektivnost samog cjepiva procjenjuje se na osnovu veličine zrna i postignute morfologije. Pojedini znanstvenici naglašavaju da je usitnjavanje zrna prilikom DC postupka važno - provodi se zbog dobivanja sitnih i ravnoosnih zrna, a time se postiže nekoliko tehnoloških i ekonomskih prednosti:

- poboljšana mehanička svojstva (čvrstoća, duktilnost),
- poboljšana obradljivost u naknadnim procesima (istiskivanje, valjanje),
- smanjenje površinskih grešaka u legurama tijekom valjanja i istiskivanja,
- reduciranje potrebe za homogenizacijom,
- smanjenje sklonosti toplim pukotinama te mogućnost povećanja brzine lijevanja bez opasnosti od pukotina,
- poboljšana anodizirajuća svojstva konačnog proizvoda i
- smanjena poroznost [44].

Zrno se može usitnjavati prisiljenom konvekcijom ili cjepivima. Metode prisiljene konvekcije podrazumijevaju mehaničko miješanje, ultrazvučne vibracije i elektromagnetsko miješanje. Ovim metodama, uz kontrolu parametara lijevanja (stupanj skrućivanja i temperaturni gradijent) postiže se usitnjavanje zrna bez ikakvih dodanih legiranih elemenata [8, 45].

Cjepiva (predlegure, inokulanti) su kemijski dodaci koji se dodaju u talinu u svrhu promicanja skrućivanja sa sitnom, ravnoosnom strukturom s promjerima zrna 0,2 - 1,0 mm. To je važan kvalitativan zahtjev za DC blok. Cijepljenjem se u talinu dodaju čestice koje mogu djelovati kao centri nukleacije zrna i blokirati rast stubičastih kristala od stijenki kalupa. Po toni aluminija se upotrebljava 0,2 - 10 kg cjepiva [45].

2.3.1. VRSTE KOMERCIJALNIH CJEPIVA

Opće karakteristike dobrih cjepiva su: proizvodnja malog kontaktnog kuta između nukleacijske čestice (supstrata) i rastućeg nukleusa, visoka površinska energija između taline i supstrata i niska površinska energija između nukleusa i supstrata. Najbolji katalizatori za stvaranje klica su oni s koherentnom površinom između nukleusa i supstrata [8].

Karakteristike koje cjepivo mora imati da postane efikasno mjesto za nukleaciju su:

- slične kristalografske ravnine i dobra moćivost,
- točka taljenja mora biti viša od točke taljenja legure koja skrućuje,
- mora moći inicirati smrzavanje pri jako malom pothlađenju,
- mora stvoriti dovoljno mjesta za nukleaciju koja moraju biti raspoređena jednako u talini,
- veličina čestica mora biti veća od kritičnog radijusa.

Cjepiva se mogu raspodijeliti u tri skupine: sa sporim djelovanjem (optimalno vrijeme kontakta je dugo), s brzim djelovanjem (optimalno vrijeme kontakta je sporo) i idealno cjepivo (brzo djeluje i dugo traje) [36, 46]. Različiti proizvodi zahtijevaju različite vrste cjepiva te je sastav cjepiva postao kompleksan s njihovim razvojem. Cjepiva za usitnjavanje aluminijских legura sadržavaju Ca, Al-Ti, Al-B, Al-Sr, Al-Fe, Al-Zr, Al-Sc, Al-Ti-B, Al-Ti-

C, Al-Ti-Be, Al-Nb, B, Al-Ti-B-Re, Al-Ti-B-C-Re. Danas je najčešće korišteno cjepivo Al-Ti-B [46].

2.3.2. MEHANIZMI USITNJAVANJA ZRNA CJEPIVIMA

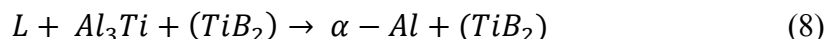
Usitnjavanje zrna je potrebno prilikom postupka lijevanja aluminijskih legura jer smanjuje greške prilikom lijevanja i poboljšava svojstva lijevanog metala. Dodatak cjepiva u aluminijsku leguru je postala uobičajena praksa usitnjavanja zrna. Veličina zrna aluminijske legure ovisi o procesu skrućivanja koje se sastoji od nukleacije i rasta α -Al. U fazi nukleacije ogromna količina heterogenih nukleacijskih mjesta α -Al se pojavljuje unutar taline nakon dodatka cjepiva. Heterogena nukleacija se može ubrzati dodatkom otopljenih elemenata koji mogu inducirati konstitucijsko pothlađenje. Rastom zrna α -Al otopljeni elementi (ili netopljive čestice) mogu se izlučiti po granicama zrna i spriječiti daljnji rast zrna. Tako je veličina zrna smanjena zbog visokog nukleacijskog potencijala i sprječavanjem rasta zrna. Teorije koje opisuju mehanizme usitnjavanja zrna cjepiva su karbidno-boridna teorija, peritektička teorija, teorija dupleks nukleacije i teorija otopljenih elemenata [46].

Po jednoj od teorija pretpostavlja se da se heterogena nukleacija α -Al promovira karbidnim ili boridnim česticama u procesu skrućivanja aluminijskih legura. Te čestice imaju visoku točku taljenja i male su veličinom te služe kao nukleacijska mjesta α -Al - to su karbidi, boridi, spojevi na bazi Ca i Nb. Kad se cjepivo doda u talinu aluminijske legure važno je uočiti je li cjepivo stvorilo dovoljno efektivnih mjesta za nukleaciju za induciranje heterogene nukleacije. Neki znanstvenici su preporučili korištenje Ti, V, Zr i Nb za induciranje konstitucijskog pothlađenja i stvaranje heterogenih nukleacijskih mjesta, dok su drugi dodali Al-Ti-C cjepivo u talinu te uvidjeli da su se TiC čestice nakupile i ponašale kao nukleacijska mjesta za α -Al. Također se pokazalo da intermetalna faza koja sadrži Ca, poput npr. CaAl_2 , a ima visoku točku tališta, promovira stvaranje nukleacijskih mjesta α -Al. Pretpostavlja se da su nukleacijska mjesta kod Al-B cjepiva AlB_2 faze te da se usitnjavanje zrna postiže dodatkom Al-B. Pokusima se pokazalo da Al_3Fe faza kod Al-Fe cjepiva usitnjava zrno čistog Al te da Al-Fe cjepivo promovira stupanj nukleacije i smanjuje rast α -Al zrna. Pretpostavlja se u ovoj teoriji da su velike količine nukleacijskih mjesta (poput Al_3Nb , NbB_2 i intermetalnih čestica na bazi Nb) stvorene dodatkom Nb-B legure. Dodatci Zr (u obliku Al-Zr cjepiva) i Sc (u obliku Al-Sc cjepiva) stvaraju velika mjesta za heterogenu nukleaciju, a dodavanjem La i B dolazi do stvaranja LaB_6 faze te se pomoću nje moglo postići bolje usitnjavanje zrna. No, neki drugi znanstvenici vjerovali su da netopljive čestice (poput TiB_2) nisu služile kao nukleacijska mjesta za α -Al u odsutnosti drugih netopivih elemenata. Učinkovito usitnjavanje zrna aluminijskih legura postignuto je dodatkom Al-Ti-B cjepiva. Uočeno je da ne dolazi do usitnjavanja zrna kad se TiB_2 čestice zasebno dodaju u Al visoke čistoće, ali da dolazi do usitnjavanja zrna kod Al komercijalne čistoće. Postavilo se pitanje jesu li nečistoće (poput Fe, Ti i Si) kod Al komercijalne čistoće aktivirale usitnjavanje zrna dodatkom TiB_2 . Također se pretpostavilo da cjepiva koja sadrže TiAl_3 , TiB_2 i AlB_2 čestice bolje usitnjavaju zrno nego ona cjepiva s pojedinačnim česticama. Kod ove teorije se također pretpostavlja da se TiB_2 i $\text{TiAl}_{20}\text{Ce}$ čestice kod Al-Ti-B-Re cjepiva ponašaju kao nukleacijska mjesta α -Al. Er bi mogao usporavati i sprječavati rast zrna α -Al te da aglomerira TiB_2 čestice [46].

Peritektička teorija je pokazala da usitnjavanje zrna od strane cjepiva dolazi od peritektičke reakcije: binarna peritektičku reakciju induciranu TiAl_3 , jednačba (7).



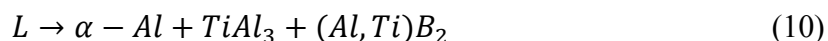
Pretpostavlja se da dolazi do ternarne peritektičke reakcije dodatkom Al-Ti-B cjepiva, jednačba (8).



Binarna eutektičku reakciju inducirana dodatkom Al-B cjepiva u talinu aluminijske legure, jednačba (9).



Ternarna peritektička reakcija za Al-Ti-B cjepivo, jednačba (10).



Međutim, pouzdanost ovih reakcija se tek treba utvrditi. Stog je predložena druga teorija, peritektička *hulk* teorija. Predlaže se da je $TiAl_3$ okružen s ovojnicom, formiranom od TiB_2 te je stupanj otapanja $TiAl_3$ smanjen zbog nastale ovojnice. Jednom kad udio Ti dosegne kritičnu vrijednost, kreće peritektička reakcija. Predlože se da peritektička reakcija nije glavni uzrok usitnjavanja zrna. Zato što $TiAl_3$ čestice nisu stabilne u talini aluminijske legure, količina Ti dovedena cjepivom je manja nego što je potrebno za odvijanje peritektičke reakcije.

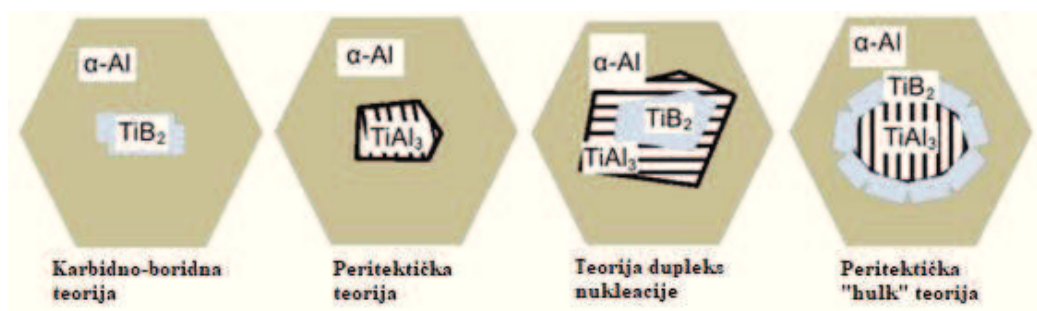
Pod mehanizmom dupleks nukleacije podrazumijeva se odvijanje nukleacije u dvije faze. Prva faza je da se $TiAl_3$ čestice skupljaju na površini TiB_2 te onda α -Al nukleira $TiAl_3$ i TiB_2 česticama. Stoga se predstavila teorija hipernukleacije koja je slična mehanizmu dupleks nukleacije. Međutim, posumnjalo se da je izvor Ti na površini TiB_2 nepouzdan te je ustanovljeno da je problem mehanizma dupleks nukleacije netočnost.

Teorija otopljenog elementa smatra da su otopljeni element, npr. Ti i nukleacijske čestice, neophodni za usitnjavanje zrna aluminijske legure. Konstitucijsko pothlađenje uzrokovano otopljenim elementom promovira heterogenu nukleaciju te segregacija otopljenog elementa blizu kruto-tekuće granice ograničava rast zrna aluminijske legure. Proučavali su se utjecaji Ti, V, Zr, Nb, Cu, Mg i Si na usitnjavanje zrna aluminijskih legura. Otkriveno je da snaga usitnjavanja zrna, od najviše prema najnižoj, ide $Ti > V, Zr, Nb > Cu, Mg, Si$. Cu, Mg i Si induciraju usitnjavanje zrna konstitucijskim pothlađenjem. Ti se prikazao najboljim za usitnjavanje zrna jer je inducirao konstitucijsko pothlađenje i stvarao mjesta za heterogenu nukleaciju. Uočeno je da je učinkovitost cijepljenja kod aluminijskih legura nije promijenjena s povećanjem udjela Ti (B) kad je udio prelazio 0,03 mas.%. Također je uočeno da je učinkovitost cjepiva Al-Ti-B-Re ostala nepromijenjena kad je dodatak cjepiva premašio 0,2 mas.%. Pokazalo se da je usitnjavanje zrna promovirano dodatkom elemenata rijetkih zemalja. U teoriji je predloženo da ti elementi budu oko $TiAl_3$ te smanje površinsku energiju $TiAl_3$, ubrzavajući time peritektičku reakciju [46].

Navedene teorije su sumirane u tablici 5 gdje su navedene njihove prednosti i nedostaci, a slika 8 prikazuje shematski prikaz nukleacije kod različitih teorija [46].

Tablica 5. Usporedba različitih teorija mehanizma usitnjavanja zrna [46]

Teorija	Pozitivni aspekti	Negativni aspekti
Karbidno - boridna	<ul style="list-style-type: none"> - TiB_2 je vidljiv u Al zrnju - $AlTiB$ predlegura pokazuje bolja svojstva usitnjavanja zrna nego $AlTi$ predlegura 	<ul style="list-style-type: none"> - $AlTiB_2$ predlegura ne usitnjava Al visoke čistoće, ali $AlTi$ da - karbidi (ili boridi) ne usitnjavaju zrna u odsutnosti otopljenog Ti
Peritektička	<ul style="list-style-type: none"> - objašnjeno je usitnjavanje zrna legurom serije $AlTi$ - teorija ima smisla u rastaljenoj Al leguri koja sadrži $TiAl_3$ - $TiAl_3$ se nalazi u centru Al zrna 	<ul style="list-style-type: none"> - teorija ne može objasniti osnažujući utjecaj B na usitnjavanje zrna - količina slobodnog Ti je značajno niža nego što ga je potrebno za peritektičku reakciju - $TiAl_3$ faza nije termodinamički stabilna za peritektičku reakciju
Peritektička „hulk“	<ul style="list-style-type: none"> - $TiAl_3$ faza je stabilna i pri niskim koncentracijama dodanog B - usitnjavanje zrna $AlTiB$ predlegurom ($Ti/B > 2,22$) objašnjeno je teorijom dupleks nukleacije 	<ul style="list-style-type: none"> - B nema utjecaj na $AlTi$ fazni dijagram i stabilnost $TiAl_3$ - usitnjavanje zrna s $AlTiB$ smanjuje se s produljenjem vremena držanja (može se prekinuti smanjenje miješanjem)
Dupleks (hipernukleacija)	<ul style="list-style-type: none"> - postojanje bogatog Ti sloja na površini TiB_2 	<ul style="list-style-type: none"> - mala faza između TiB_2 i amorfnog Al je teška za otkriti - u teoriji bi Al, kombinacija Al i Al_3Ti ili srednje $AlTi$ strukture svi mogli nukleirati na površini TiB_2 čestice
Teorija otopljenog elementa	<ul style="list-style-type: none"> - otopljeni elementi imaju utjecaj na rast zrna - povećan udio otopljenih elemenata inducira povećanu nukleaciju 	<ul style="list-style-type: none"> - restriktivan utjecaj topivih elemenata ima zanemariv utjecaj na nukleaciju i konačnu veličinu zrna



Slika 8. Shematski prikaz nukleacija u različitim teorijama usitnjavanja zrna [46]

2.4. SKRUĆIVANJE ALUMINIJSKIH LEGURA I RAZVOJ PRIMARNE STRUKTURE BLOKA LIJEVANOG DC POSTUPKOM

Poznato je da metali mogu postojati u tri (tj. četiri) agregatna stanja te da pod određenim termodinamičkim uvjetima metali mogu prijeći iz jednog stanja u drugo - što se naziva *faznom transformacijom*. Za vrijeme lijevanja dolazi do najčešće fazne transformacije, a to je skrućivanje taline te prelazak iz tekućeg u kruto stanje. Skrućivanje podrazumijeva procese nukleacije i rasta kristalnih zrna iz taline te razvoj primarne strukture, uključujući pretvorbe od solidus temperature do sobne temperature [36, 41].

2.4.1. OSNOVE SKRUĆIVANJA

Sustav je grupa tvari koje se nalaze u međusobnoj fizičko - kemijskoj vezi. Može biti homogen (isti sastav i svojstva u svim dijelovima) ili heterogen (sastoji se od više homogenih dijelova međusobno različitih). Faza je homogeni dio nekog sustava koja se može odvojiti mehaničkim putem - dekantiranjem, centrifugiranjem, filtriranjem itd. Komponente su početni, zasebni dijelovi nekog sustava (elementi, kemijski spojevi) koji izgrađuju taj sustav [41]. U krutoj fazi, atomi vibriraju oko čvrstih, ravnotežnih točaka. U tekućoj fazi, atomi se mogu slobodno kretati. Energija povezana s vibracijama atoma na atomskoj razini manifestira se kao toplinska energija (toplina). Mjera toplinske energije je temperatura. Atomi u tekućini posjeduju veću energiju spram onih u krutini. Kruta faza, da bi se transformirala u tekuću, zahtjeva energiju da prebrodi sile koje drže atome zajedno. Ta energija se naziva latentnom toplinom. Drugim riječima, latentna toplota se definira kao količina topline potrebna za promjenu faze materijala, bez povišenja njegove temperature [47].

2.4.1.1. POKRETAČKA SILA ZA SKRUĆIVANJE

Za sustave pri konstantnoj temperaturi i tlaku, relativna stabilnost različitih slobodnih mjesta je opisana Gibbsovom slobodnom energijom. Za fazu se smatra da je u ravnoteži ako je Gibbsova slobodna energija sustava pri danoj temperaturi minimalna. Fazna transformacija se može odviti spontano ako vodi do povišenja Gibbsove slobodne energije. Gibbsova slobodna energija G [J] opisuje se kao funkcija temperature, jednačba (11).

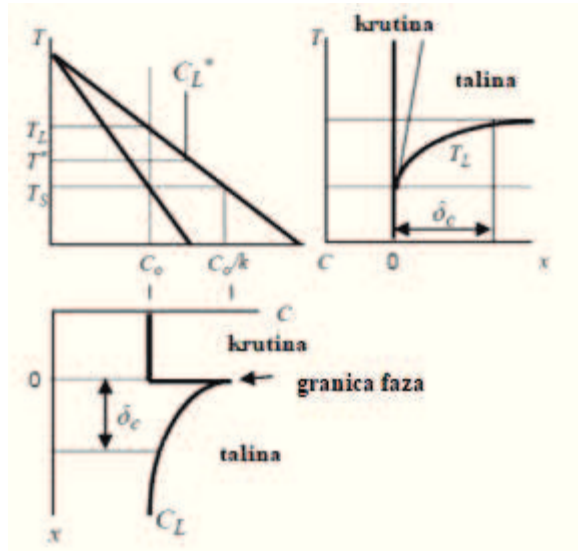
$$G = H - T \cdot S \quad (11)$$

pri čemu T predstavlja temperaturu [K], H entalpiju [J] i S entropiju [J/K]. U krutoj fazi je nered u raspodjeli atoma manji spram tekuće faze, dok je pri višim temperaturama tekuća faza stabilnija, a pri nižim temperaturama je stabilnija kruta faza. Pri temperaturi taljenja, obje faze su u ravnoteži. Fazna transformacija se neće dogoditi ako su sustavi u ravnoteži. Kad se ostvari stanovito pothlađenje, odnosno razlika između temperature taljenja i okolne temperature, sustav će imati pokretačku silu za transformaciju. Tako da je pokretačka sila za skrućivanje direktno proporcionalna pothlađenju [47].

Pothlađenje

Ako nema pothlađenja, fronta skrućivanja se neće pomaknuti, odnosno kristali neće rasti. Pothlađenje potrebno da bi došlo do pomicanja fronte skrućivanja sastoji se od nekoliko različitih vrsta pothlađenja: toplinskog, konstitucijskog, kritičnog i kinetičkog. Ukupno pothlađenje je zbroj svih vrsta pothlađenja [47]. U realnim uvjetima, konstitucijsko pothlađenje je najodgovornije za nastanak skrućivanja [49].

Konstitucijsko pothlađenje ΔT_c nastaje kao posljedica razlike topljivosti legirajućeg elementa u talini i krutini. Slika 9 prikazuje tri dijagrama: lijevi gornji dijagram je fazni dijagram, lijevi donji je sastav-udaljenost x dijagram i desni je temperatura-udaljenost dijagram. C_0 predstavlja sastav krutine pri T_S temperaturi solidusa i C_0/k je sastav taline pri istoj temperaturi. δ_c je granični difuzijski sloj koji nastaje uslijed razlike u udjelu taline bliže i dalje od granice faza. Desni dijagram je pokazao da likvidus temperatura u graničnom sloju nije konstantna uslijed razlike u sastavu od C_0/k do C_0 . Temperaturni gradijent G_L je derivacija $T_{L(x)}$ krivulje s obzirom na x pri T^* [49].



Slika 9. Toplinsko polje i polje otopljenog elementa ispred granice krutina/talina [49, 50]

Temperaturni gradijent G_T je prisutan i u talini uslijed toka topline kroz krutinu i određuje se razvojem toplinskog polja. Može se pretpostaviti da je veći dio taline na temperaturi iznad likvidusa, no talina uz granicu fazi je vrlo vjerojatno ispod temperature likvidusa zbog koncentracije otopljenog elementa u difuzijskom sloju. Takva talina je konstitucijski pothlađena. Uzimajući u obzir sliku 9 pothlađenje ΔT_c računa se po jednadžbi (12):

$$\Delta T_c = T_L - T^* = -m(C_L^* - C_0) \quad (12)$$

gdje je T_L temperatura likvidusa [K], T^* temperatura granične površine u proizvoljno odabrano vrijeme [K], m je nagib likvidus linije, C_L^* je sastav taline [mas.%], a C_0 je početni sastav taline legure [mas.%] [49].

2.4.1.2. NUKLEACIJA

Nukleacija je prvi korak kod skrućivanja. To je formiranje malih količina krute faze u pothlađenoj talini nakon čega slijedi rast nukleusa. Postoje dvije vrste nukleacije: homogena i heterogena. Pretpostavlja se da je površina između krute i tekuće faze gruba, no istovremeno je i velika te se preko nje odvija difuzija [47]. Samo skrućivanje obuhvaća procese nukleacije i rast kristalnih zrna iz taline te razvoj primarne strukture obuhvaćajući pretvorbe od solidus do likvidus temperature.

Heterogena nukleacija na prisutnim supstratima u talini je energetski povoljnija u usporedbi s homogenom nukleacijom koja zahtijeva znatno pothlađenje. Čestice i supstrati koji su standardno prisutni u aluminiju komercijalne čistoće, poput oksida i raznih drugih nečistoća, zahtijevaju pothlađenje 3 - 5 °C za heterogenu nukleaciju. No, tako bi došlo do krupnozrnate i neprihvatljive strukture zrna te se moraju dodati druge čestice koje djeluju kao nukleanti pri nižim pothlađenjima [8].

Heterogena nukleacija

Tijekom heterogene nukleacije nukleus će se prvo formirati na stranoj površini, npr. na zidu kokile, nečistoćama te inokulantima. Za razliku od homogene nukleacije, ne zahtijeva previsoko pothlađenje te je česta za većinu procesa skrućivanja. Razlika slobodne energije za heterogenu nukleaciju predstavljena je jednadžbama (13), (14) i (15):

$$\Delta G^{het} = \left(-\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V + 4\pi r^2 \gamma_{SL} \right) \cdot f(\theta), \quad (13)$$

$$\Delta G^{het} = \Delta G^{hom} \cdot f(\theta), \quad (14)$$

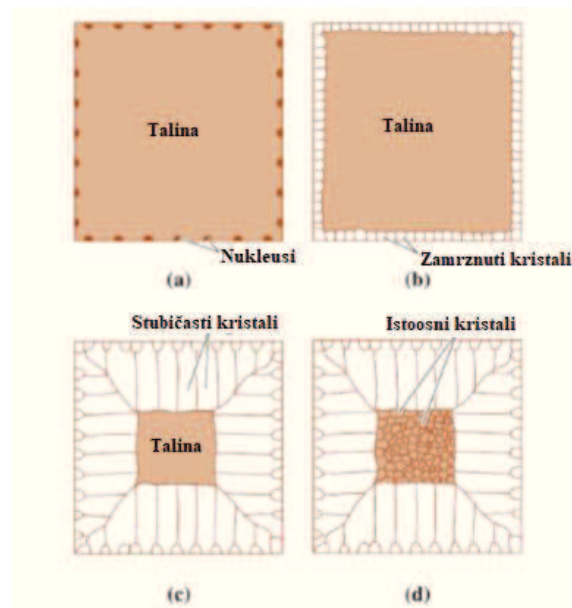
gdje je,

$$f(\theta) = \frac{(2 + \cos\theta) - (1 - \cos\theta)^2}{4} \quad (15)$$

G_V je promjena slobodne energije po jedinici volumena za nastajanje klice oblika kugle, r je radijus [m], γ_{SL} površinska napetost između krutine i taline [J/m²], a θ kut kvašenja [°]. Geometrijski faktor $f(\theta)$ je omjer volumena sfernog odsječka s volumenom cijele kugle s vrijednošću između 0 i 1. Ako je vrijednost jednaka 1, to predstavlja da se odvija homogena nukleacija, odnosno nukleus je spriječen da ima ikakav kontakt sa stranim tijelom. Zaključuje se da pokretačka sila za heterogenu nukleaciju uvijek mora biti manja od one za homogenu nukleaciju [47].

2.4.2. RAZVOJ KRISTALNIH ZONA BLOKA LIJEVANOG DC POSTUPKOM

Slika 10 prikazuje različite zone mikrostrukture koje se formiraju prilikom lijevanja bloka.



Slika 10. Različite zone kod lijevanja bloka [47]

a) nukleacija, b) formiranje vanjske jednoosne zone, c) stubičasta zona, d) unutarnja istoosna zona

Tijekom skrućivanja taline unutar kokile, prvi kruti dijelovi nukleiraju na zidu kokile, slika 10 a). Inicijalno, tijekom kratkom vremena, nukleusi imaju tendenciju rasta u veličinu i formiraju zonu zamrznutih kristala na samom rubu odljevka, slika 10 b), tada se rast tih kristala širi prema sredini kokile, paralelni jedni drugima i u suprotnom smjeru od toplinskog toka, formirajući zonu stubičastih kristala, slika 10 c). Nakon nekog vremena grane se odvoje od stubičastih dendrita. Ostatak taline u sredini bloka skrućuje u grube istoosne sferične kristale, slika 10 d) [47].

Sve tri zone ne moraju uvijek biti prisutne u bloku. S porastom pothlađenja mijenjat će se struktura bloka od potpuno stubičaste do miješano stubičasto ravnoosne strukture. Zaključuje se da će se prijelaz iz stubičastog u ravnoosno dogoditi s porastom pothlađenja [48].

Ako se u odljevku ne nalazi ravnoosna zona, struktura će se u potpunosti sastojati od stubičaste zone. Ravnoosna zrna rastu ispred stubičastih dendrita. U onom trenutku kad ravnoosna zrna postanu dovoljno velika i brojna da spriječe napredak stubičastog fronta doći će do prijelaza iz stubičastog u ravnoosni rast. Faktori koji utječu su veličina i stupanj konstitucijskog pothlađenja te brzina stubičastog fronta. Ravnoosni nukleusi mogu egzistirati ispred stubičastog fronta bez tendencije razvijanja u ravnoosnu zonu jer uvjeti nisu povoljni za njihov rast. Stubičasti front će dominirati u strukturi i apsorbirati mala ravnoosna zrna onda kad je ravnoosni rast spor spram stubičastog ili ako je ograničen na usko pothlađeno područje ispred stubičastog fronta. Za formiranje ravnoosnih zrna nužno je ispuniti uvjete dovoljnog broja ravnoosnih zrna u talini koja rastu brzinom dovoljno da spriječe napredovanje stubičastog fronta [13, 48].

Ravnoosna zona može se smanjiti ili spriječiti održavanjem visokih temperatura unutar taline te smanjenjem prirodne konvekcije. Postojanje blagog temperaturnog gradijenta u talini utječe na ravnoosnu zonu [28]. Poželjna struktura lijevanih proizvoda je ona sastavljena od sitnih ravnoosnih zrna. Cilj je dobiti ujednačenu i sitnozrnatu ravnoosnu strukturu. Blokovi se nakon lijevanja najčešće obrađuju deformacijom u toplom stanju, važna je veličina i oblik zrna u lijevanom stanju te je važno kontrolirati strukturu zrna [13].

Dodavanjem aluminijskih predlegura dodaju se novi nukleanti te se tako najuspješnije kontrolira veličina zrna. Te čestice unutar predlegura nukleiraju nove kristale tijekom skrućivanja. Također, dodavanjem sredstava za usitnjenje zrna može se umanjiti područje stubičastog rasta [13, 36].

2.4.3. MIKROSEGREGACIJE

Odvijanje dodatnih reakcija skrućivanja i formiranje ili zadržavanje dodatnih faza tijekom neravnotežnog skrućivanja tijekom DC postupka lijevanja je u većini slučajeva uzrokovano mikrosegregacijama. Mikrosegregacije predstavljaju nehomogenost kemijskog sastava na razini jednog zrna (dendrita). Uzrok mikrosegregacija je dobro poznat - sve fazne transformacije koje se dogode tijekom skrućivanja uzrokovane su difuzijom i treba im neko vrijeme da se odvijaju do kraja. Velika većina legiranih elemenata koji se dodaju aluminiju su manje topljivi u krutoj fazi nego u tekućoj fazi.

U praksi se većina elemenata procjenjuje mikrosegregacijskim omjerom k , koji predstavlja kvocijent maksimalnog sadržaja otopljenog elementa C_S [mas. %] i minimalnog sadržaja otopljenog elementa nakon skrućivanja pri konstantnoj temperaturi C_L [mas. %], jednačba (16). Stupanj odvijanja faznih transformacija kontroliran je difuzijom putem sljedećih procesa:

- difuzija legiranih elemenata u preostalu masu taline prema i od granične površine kruto/tekuće u cilju nastanka ravnotežne razlike koncentracija prema razlici u koncentracijama u tekućoj i krutoj fazi,
- difuzija u talini od granične površine s ciljem smanjenja koncentracije otopljene tvari ($k < 1$),
- difuzija u krutini u cilju uravnoteženja koncentracije otopljene tvari unutar skrutnutog zrna [23, 40].

Matematička formulacija mikrosegregacijskog omjera k , jednačba (16) [23], je:

$$k = \frac{C_S}{C_L} \quad (16)$$

Problem kod ravnotežnih dijagrama je taj da oni vrijede za ravnotežne uvjete skrućivanja i hlađenja. Idealno nastajanje kristala, koji imaju jednoliki sastav kroz cijeli poprečni presjek, nije moguće dobiti konvencionalnim postupkom lijevanja jer gibanje atoma nije dovoljno da u kratkom vremenu oblikuje kristale s jednolikom koncentracijom stranih atoma preko poprečnog presjeka. Količina segregacija u zrnima je povezana s brzinom skrućivanja - što je sporije skrućivanje legure, manja je segregacija u zrnima [8, 36].

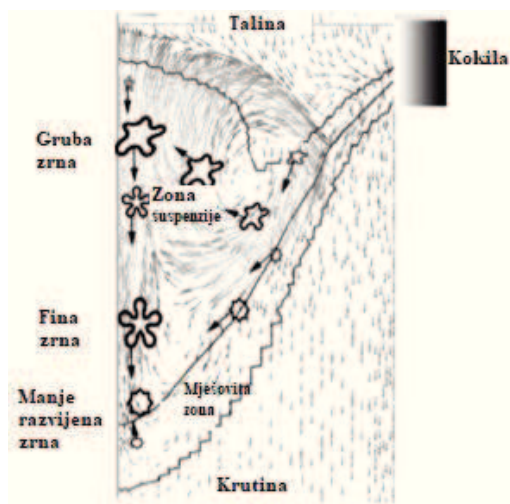
I u krutom stanju atomi imaju veliku pokretljivost na povišenim temperaturama, a na dovoljno visokim temperaturama atomi mogu mijenjati mjesta u čvrstoj strukturi (rešetci). Taj je proces poznat pod imenom difuzija, koja je već prethodno spomenuta. Segregacija u zrnima se može eliminirati i tako se može ostvariti jednolika distribucija stranih atoma u strukturi. Homogenizacijsko žarenje je postupak gdje se legura (u krutom stanju) žari u peći dovoljno dugo na temperaturi malo ispod solidus temperature, što za posljedicu ima eliminaciju varijacija u sadržaju drugih atoma. Drugi način eliminacije segregacije u zrnima je vrlo sporo hlađenje svježih skrutnutih struktura [8].

2.4.4. MAKROSEGREGACIJE

Makrosegregacije su dobile ime po segregacijama (ili izdvajanju) legirnih elemenata tijekom skrućivanja. To odvajanje se odvija na razini zrna te se naziva mikrosegregacijama, kako je opisano u poglavlju 2.4.3. Kada se dogodi velika razlika (čak i do nekoliko desetaka postotaka) u sastavu krute i tekuće faze tijekom skrućivanja na mikroskopskoj razini, to je manje od 1% promjene u kemijskom sastavu, na makroskopskoj razini ta se promjena očituje tijekom cijelog procesa lijevanja, odnosno nastaju makrosegregacije. Ozbiljan problem s njima je da se ne mogu ukloniti naknadnim procesima, poput homogenizacije, kao mikrosegregacije. Veliku ulogu u tome čini razlika u duljini područja difuzije, to su mikrometri kod mikrosegregacija i centimetri kod makrosegregacija [36].

Osnove svih mehanizama nastajanja makrosegregacija mogu se objasniti kao relativno kretanje tekuće i krute faze tijekom skrućivanja. Relativno kretanje prenosi odvajanje otopljenih elemenata između tekuće i krute faze (mikrosegregacije) prema razlici u kemijskom sastavu na makroskopskoj razini (makrosegregacije). Postoje različiti slučajevi relativnih kretanja koji su karakteristični za različite dijelove i faze lijevanja, npr. meniskus u bloku tijekom DC postupka:

- eng. *thermo-solutal* konvekcija koju uzrokuje temperatura i koncentracijski gradijent te probijanje konvekcijskog toka u zonu suspenzije (eng. *slurry zone*) i mješovitu zonu (eng. *mushy zone*) bloka, slika 11,
- prijenos krutih zrna kroz zonu suspenzije gravitacijom i silama uzgona, konvekcijski ili prisiljeni tokovi,
- talina teče u mješovitoj zoni koja napaja stiskanje uzrokovano skrućivanjem i toplinskim kontrakcijama koje nastaju tijekom skrućivanja,
- talina teče u mješovitoj zoni uzrokovano metalostatskim tlakom,
- talina teče u mješovitoj zoni uzrokovano deformacijama (toplinske kontrakcije) krute mreže,
- prisilni tok taline, uzrokovan izlijevanjem, stvaranjem plinova, miješanjem, vibracijama, taloženjem, rotacijom itd. koji penetrira u mješovitu zonu bloka mijenja smjer konvekcijskog toka.



Slika 11. Shematski prikaz tipičnog toka taline u prijelaznoj zoni meniskusa kod DC postupka lijevanja bloka s likvidus, koherentnim i solidus izotermama koje odvajaju tekuću zonu, zonu suspenzije, mješovitu zonu i krutu zonu unutar bloka [51]

Prikazana su moguća kretanja kristala koji se slobodno kreću. Prikazana je samo polovica bloka na slici

Poznato je da komercijalne legure većinom skrućuju u obliku dendrita te formiraju sveukupnu istoosnu strukturu unutar bloka. U zoni suspenzije (između likvidusa i koherentnih izoterma u zoni prijenosa) istoosna zrna se mogu slobodno kretati i mogu prijeći kratke ili duže udaljenosti, ovisno o njihovoj veličini i smjeru toka taline, slika 11. U mješovitoj zoni (između koherencijskih izoterma i neravnotežnog solidusa) dendriti formiraju kontinuiranu krutu mrežu te imaju fiksirana mjesta unutar bloka. Smatra se da se oni kreću samo u smjeru skrućivanja [51]. Segregacije glavnih legirnih elemenata posljedica su toka taline i odvajanja otopljenih elemenata između taline i krutine tijekom skrućivanja [52].

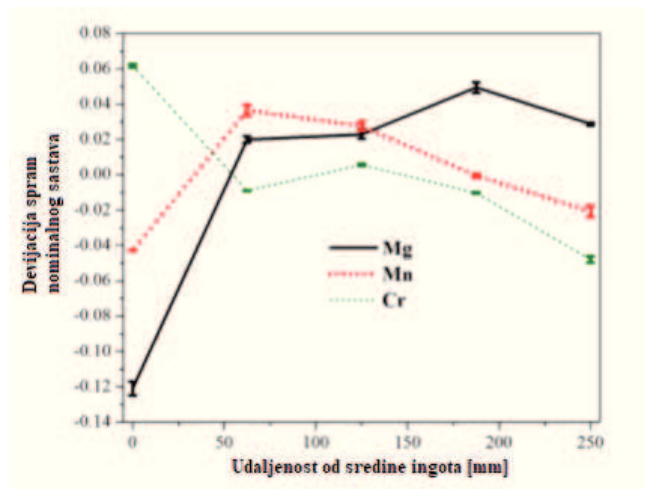
Provedeno je istraživanje makrosegregacija na aluminijskoj leguri EN AW-5182, tablica 6 prikazuje količinu legirnih elemenata od sredine prema površini legure lijevane DC postupkom. Na prvi pogled odmah je vidljivo da postoje značajne makrosegregacije koje su posljedica toka taline tijekom lijevanja i izdvajanja otopljenih elemenata između taline i krutine. Da bi se kvantificirala makrosegregacija legirnih elemenata na različitim lokacijama, korištena je devijacija nominalnog sastava kao reprezentacija segregacije.

Tablica 6. Prosječni sastav glavnih legirnih elemenata koji su funkcija udaljenosti od sredine ingota [52]

Položaj u odnosu na sredinu ingota [mm]	Legirni elementi [mas.%]		
	Mg	Mn	Cr
0	3,45	0,37	0,19
62	4,00	0,40	0,18
125	4,01	0,39	0,18
187	4,11	0,38	0,18
250 (površina)	4,03	0,38	0,17

Slika 12 prikazuje devijaciju od nominalnog sastava za svaki legirajući element pri različitim udaljenostima od sredine ingota. Vrijednosti veće od nule za ovu devijaciju impliciraju „pozitivnu“ makrosegregaciju, a vrijednosti manje od nule indiciraju „negativnu“ makrosegregaciju. Magnezij pokazuje značajnu negativnu makrosegregaciju u sredini ingota [52], a to je u skladu s rezultatima prethodnih istraživanja DC blokova od strane Eskin *et al.* [51]. Uočena središnja segregacija je vrlo vjerojatno povezana s eng. *solutal convection*. Bazirajući se na tom mehanizmu, male količine čestica se odvoje od prve skrutnute kore i smjeste se u sredini uzrokujući makrosegregaciju. Čestice imaju veću gustoću zbog manjeg udjela Mg i nađu se u dnu meniskusa zbog gravitacije. Mogu se vidjeti male pozitivne segregacije Mg blizu površine ingota [52]. To se objašnjava zbog prisutnosti bogatije taline otopljenim česticama unutar međudendritnih kanala koji su blizu površine tijekom skrućivanja [51]. Zbog stezanja prilikom skrućivanja, talina s većom koncentracijom dalje od površine se „uvlači“ natrag u kanale te skrućuju s većom koncentracijom Mg što rezultira pozitivnom segregacijom Mg bliže površini.

Slično kao i Mg, Mn također pokazuje negativnu segregaciju u sredini te pozitivnu segregaciju između sredine i površine. No, suprotno od Mg, Mn pokazuje negativnu segregaciju na samoj površini bloka, za razliku od prethodno provedenih istraživanja. Cr pozitivno segregira u sredini, ne segregira uopće između sredine i površine te negativno segregira na površini ingota [52].



Slika 12. Raspodjela relativnih koncentracija različitih legirnih elemenata koji su funkcija udaljenosti od sredine ingota [52]

Zaključuje se da su segregacije glavnih legirnih elemenata posljedica toka taline i odvajanja otopljenih elemenata između taline i krutine tijekom skrućivanja [52].

Konvekcija utječe na obrasce segregacija u ovisnosti o smjeru toka taline. Prirodne konvekcije koje se događaju u meniskusu bloka lijevanog DC postupkom povećavaju pozitivne segregacije u sredini. Postoji direktna korelacija između geometrije meniskusa (na koju utječu procesni parametri) i stupnja makrosegregacija. Prijenos krutih zrna u meniskus doprinosi negativnim inverznim segregacijama u sredini. Sveukupni obrasci ponašanja makrosegregacija su kompleksna kombinacija različitih mehanizama na koje utječu sastav i procesni parametri. U principu je moguće dobiti pozitivne ili negativne segregacije u sredini za širok spektar različitih veličina proizvoda kontrolom brzine lijevanja, koja utječe na oblik meniskusa i tako na obim stezanja i toka konvekcije i samog formiranja i transporta plutajućih zrna [51]. Moguće je smanjiti količinu makrosegregacija smanjenjem debljine bloka i usporavanjem brzine lijevanja [52].

Stupanj makrosegregacije u leguri je uvjetovan, kako je navedeno, dimenzijom bloka, načinom lijevanja i vrstom i količinom legirnih elemenata. Specifičnost kod DC postupka je pojava makrosegregacija i vrućih pukotina, a pojava tih grešaka povezana je s procesom skrućivanja [36].

2.5. PROCES HOMOGENIZACIJE ALUMINIJSKIH LEGURA U INDUSTRIJI

Homogenizacija je postupak izjednačavanja sastava „jezgrene strukture“, a provodi se pomoću difuzije u čvrstom stanju. Pri sobnoj temperaturi difuzija je spora te se stoga legura zagrijava na temperaturu malo ispod solidus linije. Tako je pri višim temperaturama difuzija brža i homogenizacija nastupa unutar relativno kratkog vremena. Lijewane legure poprimaju ujednačen sastav kad se atomi metala gibaju iz područja više u područje niže koncentracije [41]. Tako se na aluminijskim legurama namijenjenima gnječenju često prije procesa istiskivanja ili valjanja, provodi toplinska obrada homogenizacijom.

Homogenizacija se provodi prvenstveno u svrhu uklanjanja mikrosegrecija [53]. Također se uklanjaju niskotaljivi eutektici, razne čestice i segregacijski gradijenti zbog kojih

nastaju područja s niskim temperaturama taljenja i zaobljuju se čestice s oštrim rubovima (intermetalni spojevi na bazi Fe). Sprječava se nastajanje sekundarnih čestica (disperzoida) radi kontrole veličine zrna tijekom istiskivanja ili valjanja te se legirni elementi ravnomjerno raspoređuju u krutoj otopini prije nekog od postupaka naknadne obrade [36]. Također se homogenizacijom mogu smanjiti zaostala unutarnja naprezanja koja su ostala kao posljedica iznimno velikog temperaturnog gradijenta tijekom skrućivanja. No, ako su ta unutarnja naprezanja pri ili iznad kritične razine potrebne za rast zrna, formirat će se velika zrna tijekom visokotemperaturne toplinske obrade [53]. U industriji proces homogenizacije aluminijskih legura odvija se u tri stupnja: zagrijavanje materijala, držanje materijala na visokim temperaturama i hlađenje materijala.

Zagrijavanje materijala

Zagrijavanje započinje pri sobnoj temperaturi kad je kruta otopina prezasićena. Prve reakcije koje se počinju odvijati su nukleacija i rast Fe, Mn i Mg_2Si precipitata. Precipitati se ponovno otapaju pri višim temperaturama, no mogu poslužiti kao nukleusi drugim česticama [53]. Disperzoidi koji sadrže željezo, krom, mangan i cirkonij „preživljavaju“ homogenizaciju, no velik dio tih čestica se uspije otopiti prije nego što se postigne temperatura držanja [36].

Držanje materijala na visokim temperaturama

Glavne reakcije tijekom ove faze postupka su okrupnjavanje disperzoida, sferoidizacija neotopljenih čestica i reakcija $\beta-AlFeSi \rightarrow \alpha-AlFeSi$ koja je iznimno važna jer β -faza ima nisku razinu duktilnosti pri visokim temperaturama [41]. Niže temperature se koriste kad se želi postići veća gustoća disperzoida Cr, Mn i Zr [28]. Također se tijekom ove faze postupka usklađuju koncentracijski gradijenti na razini zrna, tj. dendrita. Homogenizacija se ustvari odvija na razini koncentracijskih gradijenata na rubovima dendrita te ona smanjuje koncentraciju u područjima s visokovolumnim precipitatima. Tako se ustvari otapaju čestice koje su se formirale tijekom prethodnog postupka zagrijavanja. Visoka temperatura malo ispod točke taljenja je odabrana za ovu fazu da se smanji vrijeme homogenizacije. Također može doći do lokalnog taljenja koje će uzrokovati nastajanje grešaka u mikrostrukтури legure poput praznina, pukotina i mjehurićavosti prilikom naknadnog istiskivanja materijala. Odvojena područja se mogu taliti pri nižim temperaturama od likvidus temperature.

Hlađenje

Pri hlađenju dolazi do ponovne precipitacije čestica koje su se otopile u prethodnom postupku. Konačna veličina Mg_2Si , Fe, Mn i Cr čestica je važna za ponovnu rekristalizaciju ili kontrolu veličine zrna tijekom naknadnog toplog valjanja i potpomažu dobrim konačnim mehaničkim svojstvima. Da bi se ove čestice mogle otopiti prilikom naknadne obrade, čestice moraju biti dobro i sitno raspoređene u leguri [53].

Najčešće korištene aluminijske legure pripadaju aluminijskom kutu $AlMgSiMn(+Cu)$ faznog dijagrama gdje je ograničen broj stabilnih intermetalnih faza. Tablica 7 prikazuje najčešće pojavljivanje čestice pri povišenim temperaturama homogenizacija legura serije 5xxx [36].

Tablica 7. Najčešće pojavljivanje čestice pri povišenim temperaturama homogenizacije legura serije 5xxx [36]

Serija 5xxx (AlMg)	Mn, Fe čestice	Mg, Si, Cu čestice
	$\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$	Al_8Mg_5
	Al_3Fe	Mg_2Si
	$\alpha\text{-Al}(\text{Mn,Fe})\text{Si}$ (kubična ili heksagonalna)	AlCuMg

Tablica 8 prikazuje glavne reakcije nukleacije, rasta i otapanja za vrijeme homogenizacije kod legura serije 5xxx. Prilikom prvog stadija zagrijavanja nukleira nekoliko metastabilnih faza, no toliko su male da se ne mogu uočiti optičkim ili elektronskim mikroskopom, nego se mogu detektirati jedino transmisivskim elektronskim mikroskopom (TEM). Pri otprilike 400 °C vide se sekundarne čestice na bazi Mg, Si i Cu. Čestice na bazi Fe i Mn vidljive su na TEM-u pri 400-500 °C [36].

Tablica 8. Promjene u mikrostrukтури za vrijeme homogenizacije 5xxx legura [36]

Serija 5xxx (AlMg)	Zagrijavanje	Držanje	Hlađenje
	Otapanje ili taljenje Al_3Mg_2 , parcijalno otapanje Mg_2Si .	Difuzija Mn i Si. Otapanje Al_3Mg_2 i djelomično Mg_2Si .	Valjanje. Nešto precipitacije. Deformacija.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

Cilj ovog rada bio je utvrditi homogenost blokova aluminijske legure EN AW-5083 lijevanih na liniji za lijevanje polukontinuiranim vertikalnim postupkom izravnog hlađenja vodom (eng. *Vertical Direct Chill*, VDC), s aspekta mikrostrukturnih i vlačnih svojstava. Ispitivanja su provedena na osnovu statističkog plana pokusa „latinski kvadrat“ na 6 aluminijskih blokova (šarže 3157-3163) u lijevanom stanju koji su izliveni u bivšoj ljevaonici Tvornici lakih metala TLM Šibenik, sadašnji IMPOL-TLM d.o.o. Ovisno o mjestu uzimanja uzoraka u bloku brzina hlađenja će različito utjecati na promjenu broja zrna po jedinici ispitivane površine i vlačna svojstva.

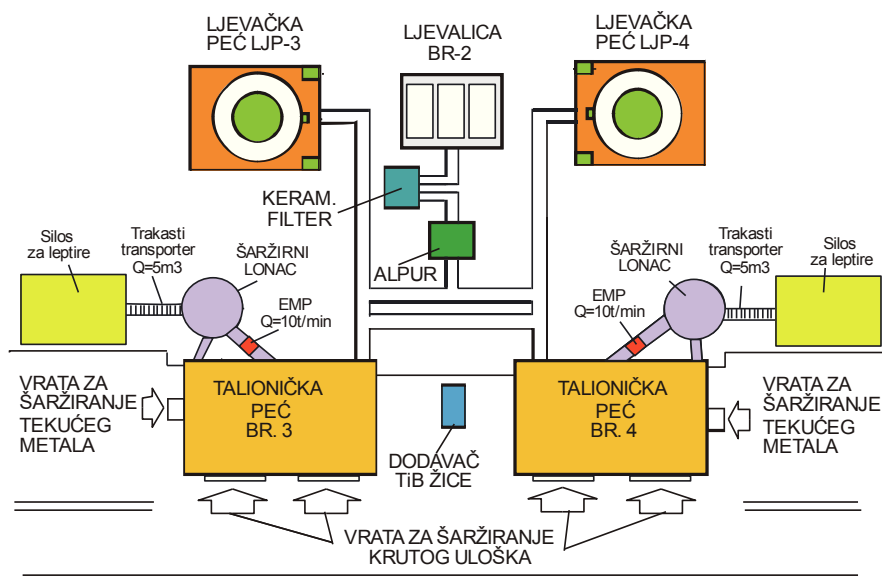
3.1. LIJEVANJE BLOKOVA DC POSTUPKOM

Proizvodnja lijevanih blokova kao poluproizvoda predstavlja početnu, ali i najvažniju fazu cjelovitog tehnološkog procesa izrade valjanih i prešanih proizvoda od aluminijskih legura, budući da se sve nepravilnosti ili greške u primarno lijevanom materijalu višestruko reflektiraju na kvalitetu konačnog proizvoda. Poznavanje tehnologije lijevanja te odabiranje optimalnih parametara lijevanja poluproizvoda će u konačnici povoljno utjecati na dobivanje željenih strukturno - mehaničkih svojstava. Ono što je specifično za industrijsku proizvodnju, a vrijedi i za ljevaonicu TLM d.d. Šibenik su posebne upute u pogonu za lijevanje i strojnu obradu, specifične za svaku aluminijsku leguru. U tablici 9 su navedeni posebni zahtjevi za lijevanje blokova aluminijske legure EN AW-5083.

Tablica 9. Posebne upute za lijevanje aluminijskih blokova legure EN AW-5083

Uputa za lijevanje EN AW-5083	Zahtjev
obavezni sastav šarži	- primarni aluminij 50-75% (najviše poluge 99,7%) - tehnološki otpadak 25-50%
ciljana količina magnezija	$4,3 \pm 0,1\%$
zahtijevana koncentracija natrija	$< 5 \text{ ppm}$
ostali elementi	prema postojećim tehnološkim uputama
dolegiranje	dodavanje magnezija preko šaržirnog lonca EMP, ostatak u talioničku peć
temperatura taline u ljevačkoj peći neposredno prije rafinacije	$715 - 720 \text{ }^{\circ}\text{C}$
trajanje rafinacije s dušikom u ljevačkoj peći	15 min
ukupna količina dodanog berilija u ljevačkoj peći	9 kg
količina dodanog modifikatora AlTi5B1 u ljevačkoj peći	1 pločica (otprilike 9 kg)
temperatura taline tijekom lijevanja	receptura / u granicama $\pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$
mjerjenje naplinitosti taline	tijekom svakog lijevanja, ispred i iza ALPUR-a

Blokovi legure EN AW-5083 lijevani su na liniji za lijevanje koja primjenjuje tehnologiju PECHINEY, slika 13.



Slika 13. Shematski prikaz postupka izrade blokova polukontinuiranim vertikalnim postupkom lijevanja, VDC postupak [8, 36]

Linija za lijevanje, prikazana na slici 13, sastoji se od: dvije talioničke peći, sustava za ubacivanje tehnološkog otpada u talioničke peći, dvije elektromagnetske pumpe (EMP), automatskog dodavača žice za modifikaciju, sustava žljebova za transport taline, dvije ljevačke peći, sustava za otplinjavanje (ALPUR), keramičkog filtra, lijevalice, sustava za automatsko upravljanje procesom. Tehnološki proces započinje dovozom krutog uloška. Osnovni materijal uloška je aluminij koji se sastoji od primarnog krutog elektrolitičkog aluminija (poluge (A5) ili T-blokovi za pretaljivanje) i sekundarnog aluminija (kruti tehnološki otpad: otpiljci, svitkovi, limovi itd.). Nakon što se doveze kruti uložak slijedi ulaganje istog u talioničke peći, slika 14.

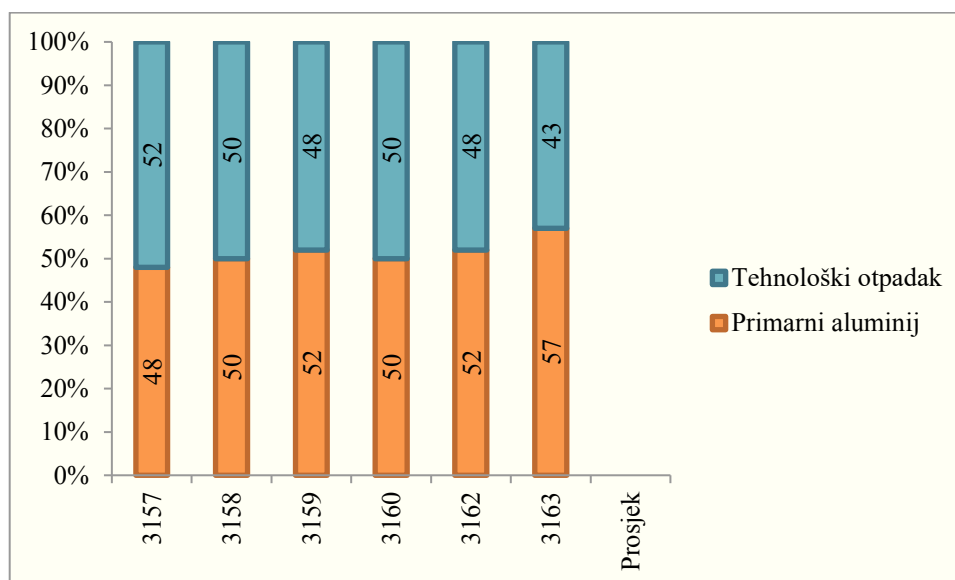


Slika 14. Talionička peć

U tablici 10 dana je struktura uloška iz koje se vidi da se udio primarnog aluminija kreće od 47,6% do 57,9%, dok je udio sekundarnog aluminija (tehnološki otpad) od 43,9% do 52,4%, što je u zadanim granicama prema tablici 10. Glavne komponente tehnološkog otpada su legure EN AW-1050, EN AW-5754, EN AW-5049 i EN AW-5083. Da bi se dobili što kvalitetniji blokovi legure EN AW-5083, potrebno je da sve komponente strukture uloška (uključujući i čiste metale i predlegure) budu provjerene kvalitete. Također se na slici 15 vidi udio primarnog i sekundarnog aluminija po svakoj ispitivanoj šarži.

Tablica 10. Struktura uloška

ŠARŽA	POLUGE - PRIMARNI Al			TEHNOLOŠKI OTPADAK	Σ
	99,7%	97%	Σ		
3157	3 t	7 t	10 t	11,0 t	21 t
	14,0%	33,0%	48,0%	52,0%	100%
3158	6 t	5 t	11 t	11 t	22 t
	27,0%	23,0%	50,0%	50,0%	100%
3159	4 t	7 t	11 t	10 t	21 t
	19,0%	33,0%	52,0%	48,0%	100%
3160	4 t	7 t	11 t	11 t	22 t
	18,0%	32,0%	50,0%	50,0%	100%
3162	4 t	7 t	11 t	10 t	21 t
	19,0%	33,0%	52,0%	48,0%	100%
3163	4 t	8 t	12 t	9 t	21 t
	20,0%	37,0%	57,0%	43,0%	100%



Slika 15. Udio primarnog i sekundarnog aluminija po šaržama za aluminijску leguru EN AW-5083

Prva faza je taljenje krutog uloška (primarni aluminij) i/ili aluminijskog otpada (sekundarni aluminij) koji se miješaju u plamenoj talioničkoj peći pri temperaturi 760 - 850 °C.

Dodavanjem sredstva za legiranje (čisti metali i predlegure) ovako pripremljenom metalu dobivaju se aluminijske legure za specifične konačne proizvode. I čisti metali (kao što su magnezij, mangan, silicij, željezo i dr.) i predlegure (npr. AlMn 80% i AlCr 75%) dodaju se u svrhu oplemenjivanja materijala te za poboljšanje mehaničkih i tehnoloških svojstava.

Kao čisti magnezij pri proizvodnji AlMg legura upotrebljava se magnezij čistoće 99,8%, sa sadržajem pratećih nečistoća silicija, željeza, bakra i nikla manjim od 0,2%. Viši sadržaj ovih elemenata povećava sklonost koroziji magnezija. AlMg predlegura dodaje se u lonac za šaržiranje i ponekad vrlo male količine u ljevačku peć. U svrhu smanjenja odgora magnezija i bolje kvalitete površine konačnog proizvoda (isključivo pri proizvodnji blokova legura skupine 5000) provodi se legiranje berilijem i to dodatkom predlegure s 5% berilija

(AlBe 5%) u ljevačku peć. „Tajna“ je u činjenici da atomi berilija imaju veću brzinu difuzije od atoma magnezija te „osvoje“ površinu taline i tako onemogućuje atomima kisika iz zraka da stupe u kontakt s magnezijem i time sprečavaju oksidaciju taline (vrijedi i za površine krutih proizvoda).

Predlegure AlMn 80% i AlCr 75% dodaju se u talioničku peć. Uobičajeno se legira s 0,003 do 0,01 % Be. Količine dodanih predlegura za svaku šaržu prikazane su u tablici 11. U talioničkim pećima se, uz taljenje metalnog uloška, provodi i ujednačavanje kemijskog sastava odstranjivanjem plinova, metalnih i nemetalnih uključaka i oksida. Uz tekući metal i dimne plinove, u ovom dijelu tehnološkog procesa nastaje i metalna troska koja se dalje prerađuje u TLM-u d.d.

Tablica 11. Dolegiranje taline aluminijske legure EN AW-5083

ŠARŽA	AlMn 80%	AlMg 100%	AlCr 75%	AlBe 5%	Σ
	(Mn)	(Mg)	(Cr)	(Be)	-
	[kg]				
3157	50,0	850,0	20,0	9,0	929,0
	40,0	850,0	15,0	0,5	-
3158	100,0	890,0	10,0	9,0	1009,0
	80,0	890,0	7,5	0,5	-
3159	40,0	760,0	15,0	9,0	824,0
	32,0	760,0	11,3	0,5	-
3160	20,0	570,0	10,0	9,0	609,0
	16,0	570,0	7,5	0,5	-
3162	60,0	750,0	15,0	9,0	834,0
	48,0	750,0	11,3	0,5	-
3163	20,0	10,0	710,0	9,0	749,0
	16,0	10,0	532,5	0,5	-

Na stražnjem zidu svake od navedenih talioničkih peći nalazi se po jedna elektromagnetska pumpa, slika 16 a) s pripadajućim loncem za ulaganje i transporterom za šaržiranje vlastitog sipkog krutog uloška („leptiri“). Funkcija elektromagnetske pumpe je prisilno stavljanje u protok tekućeg metala kroz zatvoreni sustav cjevovoda. Miješanje taline u peći veoma je važno jer osigurava homogenost taline, odnosno ujednačenost njezine temperature po cijelom njenom volumenu i ujednačenost kemijskog sastava u svakom njenom dijelu.

Nakon obrade taline u talioničkoj peći provodi se analiza kemijskog sastava. Ako postotak kemijskih elemenata ne zadovoljava standard, radi se dodatno legiranje. Elementi koji se smatraju nečistoćama, za određenu leguru moraju biti ispod dozvoljenih vrijednosti, a elementi koji su legirajući za tu leguru, moraju biti unutar tolerancija propisanih standardom. Kada se u talioničkoj peći postigne precizno kontroliran kemijski sastav legure, njena homogenost i odgovarajuća temperatura, tekući metal se, sustavom žljebova za transport taline, slika 16 b) (prije ponovne upotrebe se moraju zagrijati na određenu temperaturu kako se talina ne bi skrutnula u njima, slika 16 c), prelijeva u ljevačke peći, slika 16 d). Žljebovima su obje talioničke peći spojene s obje ljevačke peći, a samo usmjeravanje taline provodi se pomoću pregrada. U ljevačkim pećima, provodi se daljnja dorada slitine: rafinacija dušikom (vrijeme trajanja 15 min), obrada taline solima, dodatno legiranje (ako se u talioničkim

pećima nije uspjelo postići odgovarajuću koncentraciju legirnih elemenata) i cijepljenje TiB cjepivom u obliku poluga.



a)



b)



c)



d)

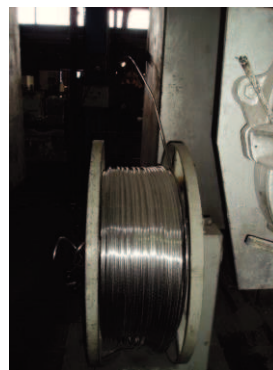
Slika 16. Proces lijevanja aluminijske legure EN AW-5083

*a) elektromagnetska pumpa, b) sustav žljebova,
c) zagrijavanje žljebova, d) ljevačka peć*

Nakon što se kemijskom analizom „pećne probe“ ustanovi početni sadržaj titana u talini, slijedi dodatak sredstva za usitnjavanje zrna - predlegure u obliku polugica AlTi5B u ljevačku peć neposredno prije lijevanja, dok se završno dolegiranje do željene količine titana (i bora) obavlja „on-line“ postupkom - kontinuiranim dodavanjem ovog sredstva u obliku žice pomoću automatskog dodavača žice u žlijeb neposredno ispred ALPUR-a, slika 17 a) i b).



a)



b)

Slika 17. Sredstva za usitnjavanje zrna

a) u obliku polugica, b) u obliku žice

Sredstvo za usitnjavanje zrna u obliku žice je također predlegura aluminija na bazi titana i bora u obliku žice, oznake AlTi5B. Ona sadrži čestice Al_3Ti i TiB_2 koje su neophodne u mehanizmu nukleacije, tj. pri stvaranju što većeg broja klica, budućih jezgri kristalnih zrna. Rast jezgri ljevačkog zrna događa se samo na nekim od dodanih čestica u talini. Kako je njihov rast jako ovisan o vremenu koliko dugo predlegura stoji u kontaktu s talinom, za djelotvornost i postizanje maksimalno mogućeg broja zrna u konačnom odljevku jako važan utjecaj ima mjesto gdje se predlegura dodaje. Predlegura u obliku žice dodaje se u žlijeb taline neposredno ispred ALPUR-a te se smatra da ta lokacija osigurava optimalno vrijeme za njezino efikasno djelovanje. Količina žice ima značajan utjecaj i određuje se brzinom dodavanja. Manjak TiB_2 čestica manifestira se nedovoljnim brojem kristalnih zrna u odljevku, dok višak smanjuje plastičnost, povećava poroznost tankih folija, povećava broj pruga na površini profila te oštećuje radne površine valjaka i alata. Količina dodanog sredstva za usitnjavanje u obliku AlTi5B žice i polugica za svaku pojedinačnu šaržu iznosi 2,03 - 2,06 kg/t Al, tablica 12. Vrijednosti brzine žice predstavljaju prosječne vrijednosti postignute pri dužinama blokova od 20 cm, 1 m, 2 m, 3 m i 4 m. Karakteristike polugica i žice dane su u tablici 13.

Tablica 12. Količine dodanog sredstva za usitnjavanje u obliku Al-Ti-B žice i Al-Ti-B polugica pri lijevanju legure EN AW-5083

ŠARŽA	ŽICA				POLUGICE		Σ	
	[cm/min]	[m]	[kg]	[kg/t]	[kg]	[kg/t]	[kg]	[kg/t Al]
3157	161,40	182,30	36,50	1,60	9,00	0,40	45,50	2,03
3158	159,10	181,40	36,30	1,70	9,00	0,40	45,30	2,06
3159	160,90	183,40	36,70	1,60	9,00	0,40	45,70	2,04
3160	159,00	181,20	36,20	1,60	9,00	0,40	45,20	2,05
3162	160,40	182,90	36,60	1,60	9,00	0,40	45,60	2,04
3163	163,00	185,80	37,20	1,60	9,00	0,40	46,20	2,03
PROSJEK	160,62	182,83	36,57	1,64	9,00	0,40	45,57	2,04

Tablica 13. Karakteristike modifikatora AlTi5B1

	POLUGICE	ŽICA
dimenzije	~ 440 x 220 x 50 mm (piramidalni segmenti)	3/8" = 9,525 mm
težina	8 – 10 kg/ploči (prosjek 9 kg/ploči)	0,2 kg/m → 5 m/kg
proizvođač	Hoesch Metallurgie GmbH	Anglo Blackwells LTD

Za vrijeme obrade taline u ljevačkoj peći rade se pripreme za lijevanje taline: grijanje žljebova, ALPUR-a, keramičkog filtra i ljevačkog grla; priprema ljevačkog stola i postavljanje parametara lijevanja. Nakon toga talina se prelijeva iz ljevačke peći u sustav žljebova za transport taline za vrijeme čega prolazi kroz sustav za otplinjavanje (*ALPUR*), slika 18 a) i keramički filter. Temperatura taline u ljevačkoj peći iznosi 715 - 720 °C.



a)



b)



c)



d)

Slika 18. Daljnji proces lijevanja aluminijske legure EN AW-5083

*a) ALPUR, b) ljevalica, lijevanje u dvije žile,
c) punjenje kokile talinom, d) startne glave - lažno dno*

ALPUR je tip sustava za otplinjavanje koja za pročišćavanje koristi mješavinu plinova argona i klora. Sustav radi na principu da vodik difuzijom ulazi u mjehuriće argona koji putuju prema gore i tako izlazi iz taline, alkalni metali kemijski reagiraju s klorom, dok mjehurići plina zarobe uključke te ih svojim dizanjem k površini izbacuju te nastane troska. Za vrijeme postupka otplinjavanja sadržaj vodika u aluminijskim talinama se smanjio na 0,15 - 0,2 cm³/100 g Al s početnih 0,3 - 0,4 cm³/100 g Al. Kako je natrij najštetnije onečišćenje pri proizvodnji blokova iz skupine 5000, za ove legure opće namjene ne smije se pristupiti lijevanju prije nego se sadržaj natrija spusti na <10 ppm [8, 36]. Pri povišenom sadržaju natrija, već na početku toplog valjanja blokova dolazi do pojave rubnih zarezna na toploj traci koji se odstranjuju toplim škarama. Keramički filter je dodatno sredstvo pročišćavanja taline i

koristi se u slučajevima vrlo visoke kvalitete odljevaka za specijalne namjene (osigurava malen broj uključaka). Proizvode se iz keramičke pjene različite poroznosti s učinkovitosti filtriranja od minimalno 60% za veličinu uključaka od 20 μm . Talina tek sada dolazi do lijevalice, slika 18 b) gdje počinje proces skrućivanja. Lijevalice su uređaji koji se baziraju na principu polukontinuiranog bezdanog lijevanja, a sastoje se od lijevačkog stola (koji je podijeljen na dva dijela: gornji i donji dio) i lijevačkog bazena.

Razdjelnik služi za distribuciju taline te je tako moguće lijevati talinu u više žila, u dvije ili tri žile. Lijevaju se blokovi duljine do 6 m, visina im je nepromjenjiva ($h = 520 \text{ mm}$), a širine variraju: od 1180 mm - kad se lijevaju 3 bloka (3 žile), do 1310, 1430 i 1680 mm kad se lijevaju dva bloka po šarži. Ispitivani blokovi lijevali su se u dvije žile, odnosno svaka šarža je imala po dva bloka. Razdjelnici su opremljeni plamenicima koji ga zagrijevaju prije lijevanja i održavaju temperaturu taline tijekom lijevanja. Čepovi dizanjem i spuštanjem određuju protok taline, a spojeni su na sustav koji mjeri količinu taline u metalnoj kokili. Hidraulički cilindar regulira protok taline. Ispod razdjelnika taline nalazi se okvir koji sadrži kokile, slika 18 c) unutar kojih se, nakon skrućivanja nalaze izliveni aluminijski blokovi. Nakon rezanja i odbacivanja početka (duljine 200 mm) i kraja (duljine 100 mm) blokova, rezale su se ploče debljine ne manje od 30 mm na kojima će se provoditi ispitivanja izlivenih blokova.

Ispod okvira i kokila nalazi se lijevački bazen. U njemu se nalazi donji dio lijevačkog stola koji sadrži hidrauličke cilindre i lažna dna, slika 18 d). Kod modernizirane linije u TLM-u d.d. lijevaju se samo blokovi i to u kokile s laserskim upravljanjem toka i razine tekućeg metala u kokili. Postupak je visokoautomatiziran te je moguće kontinuirano nadgledanje sljedećih parametara: razina taline u kokilama (meniskus), temperatura lijevanja, protok vode za hlađenje, temperatura metala u nosu i ispusnom žlijebu, temperatura vode za hlađenje, razina vode u jami, duljina bloka i brzina dodavanje žice za usitnjavanje zrna. Tablice 14. i 15. prikazuju parametre lijevanja za ispitivane šarže kod duljine blokova od 200 i 4000 mm. To su duljine najbliže duljinama uzimanja poprečno izrezanih ploča na kojima su provedena ispitivanja u ovom radu.

Tablica 14. Parametri lijevanja legure EN AW-5083 kod duljine blokova od 200 mm

ŠARŽA			Razina metala u kokilama			Rashladna voda	
	Brzina lijevanja	Temperatura lijevanja	Blok 1	Blok 2	Blok 3	Protok	Temperatura
	[mm/min]	[°C]	[mm]	[mm]	[mm]	[m ³ /h]	[°C]
3157	42,57	684,41	43,53	-15,77	43,68	103,13	23,73
3158	42,57	682,43	43,16	0	43,34	102,92	24,50
3159	42,7	677,66	43,37	0	43,15	102,86	25,32
3160	42,44	689,18	42,87	0	43,53	102,86	24,50
3162	43,36	683,62	42,60	0	43,28	102,71	22,42
3163	42,44	682,82	43,41	0	41,33	102,92	22,77

Tablica 15. Parametri lijevanja legure EN AW-5083 kod duljine blokova od 4000 mm

ŠARŽA			Razina metala u kokilama			Rashladna voda	
	Brzina lijevanja	Temperatura lijevanja	Blok 1	Blok 2	Blok 3	Protok	Temperatura
	[mm/min]	[°C]	[mm]	[mm]	[mm]	[m³/h]	[°C]
3157	42,98	677,66	38,11	-15,77	36,88	117,03	25,49
3158	43,36	679,25	38,23	0	38,20	117,76	23,78
3159	44,00	671,31	37,65	0	37,18	118,80	26,65
3160	43,24	675,28	37,33	0	37,93	118,80	26,68
3162	42,95	674,49	37,24	0	36,55	118,02	22,86
3163	43,36	682,43	37,30	0	36,17	117,45	25,32

Iz svake od šarži - 3157, 3158, 3159, 3160, 3162, 3163, izlivena su po dva bloka jednakih dimenzija, tablica 16, gdje su h - debljina bloka, b - širina bloka i l - duljina bloka. Ispitivanja su se provele na jednom bloku od svake šarže.

Tablica 16. Dimenzije ispitanih blokova

Šarža	Dimenzije bloka [mm]		
	h	b	l
3157	520	1680	4807
3158	520	1680	4695
3159	520	1680	4820
3160	520	1680	4734
3162	520	1680	4801
3163	520	1680	4895

Kemijski sastav talina ispitanih šarži (oznake šarži: 3157, 3158, 3159, 3160, 3162, 3163) aluminijske legure EN AW-5083 određen je optičkim emisijskim spektrometrom (OES), tablica 17. Uzorci za kemijsku analizu uzimali su se tijekom lijevanja pri dužini blokova otprilike pri dužini 500 mm. U tablici se također vidi normom propisan kemijski sastav EN AW-5083 [24].

Tablica 17. Kemijski sastav talina ispitanih šarži aluminijske legure EN AW-5083 i normom propisan sastav [24]

ŠARŽA	Kemijski sastav [%]									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Be	Na
Ciljani sastav	<0,30	<0,40	<0,10	0,40-0,70	4,10-4,50	0,05-0,15	<0,20	0,015-0,030	0,0045	<0,001
3157	0,160	0,420	0,01	0,450	4,410	0,100	0,0040	0,0240	0,00335	0,00032
3158	0,140	0,350	0,01	0,445	4,325	0,070	0,0035	0,0210	0,0029	0,0002
3159	0,150	0,385	0,01	0,470	4,175	0,090	0,0050	0,0245	0,00305	0,00025
3160	0,16	0,430	0,01	0,440	4,390	0,080	0,0050	0,0240	0,00360	0,0002
3162	0,160	0,350	0,01	0,425	4,350	0,100	0,0040	0,0220	0,00280	0,0002
3163	0,175	0,375	0,01	0,435	4,490	0,090	0,0035	0,0230	0,00350	0,0002
Prosječna vrijednost	0,160	0,388	0,01	0,441	4,355	0,087	0,0041	0,0231	0,00312	0,00024
EN AW-5083 (norma) [15]	<0,4	<0,4	<0,1	0,4-1,0	4,0-4,9	0,05-0,25	<0,25	<0,150		

Slika 19 a) prikazuje vađenje aluminijskog bloka iz bazena za hlađenje, dok se na slici 19 b) vidi lijevani aluminijski blok legure EN AW-5083 izliven na rekonstruiranoj liniji za lijevanje blokova u ljevaonici TLM d.d.



a)



b)

Slika 19. Izliveni aluminijski blok legure EN AW-5083
a) vađenje bloka iz bazena za hlađenje, b) lijevani blok

3.2. METODOLOGIJA ISPITIVANJA

Eksperimentalni dio ovog rada obuhvatio je ispitivanja mikrostrukture i vlačnih svojstava šest lijevanih blokova, slika 20, koji su lijevani polukontinuiranim vertikalnim postupkom izravnog hlađenja, a proizvedeni su iz 6 različitih šarži aluminijske legure EN AW-5083 (oznake šarži: 3157, 3158, 3159, 3160, 3162, 3163). Svako od ispitivanja je provedeno na statistički određenim mjestima unutar jedne ploče, prema planu pokusa „latinski kvadrat“. Ispitivanja vlačnih svojstava i kemijskog sastava izlivenih blokova provedena su u ljevaonici TLM d.d. Šibenik. Ispitivanja veličine, odnosno broja zrna po jedinici ispitivane površine provedena su na Metalurškom fakultetu, u Zavodu za procesnu metalurgiju (Laboratorij za željezo, čelik i ljevarstvo), a uključuju odgovarajuću pripremu uzoraka i njihovu obradu na metalografskom mikroskopu s digitalnom kamerom i sustavu za automatsku obradu slike AnalySiS® Material Research Lab. Statistička obrada dobivenih rezultata omogućila je praćenje razlike mikrostrukturnih i vlačnih svojstava između ploča s početka i kraja bloka. Dimenzije blokova i njihov kemijski sastav navedeni su u poglavlju 3.1.



Slika 20. Lijevani aluminijski blokovi

Iz šest izlivenih blokova navedenih šarži s početka i kraja svakog bloka odrezane su ploče debljine približno 30 mm. Ovisno o tome je li ploča uzimana s početka ili kraja bloka nose oznake P ili K. Slika 21 prikazuje ploču odrezanu s početka lijevanog bloka aluminijske legure EN AW-5083, šarže 3157 koja je kasnije razrezana i podijeljena na 12 manjih segmenata, a pozicije su u presjeku označene rednim brojevima 1 - 12. Ispitivanja su provedena na donjim polovicama ploča, odnosno segmentima 7 - 12. Razlog tome što je ispitivan samo donji dio ploča je što se smatra da su, obzirom na zrcalnu simetriju, uvjeti hlađenja i skrućivanja gornje i donje polovice ploča jednaki.

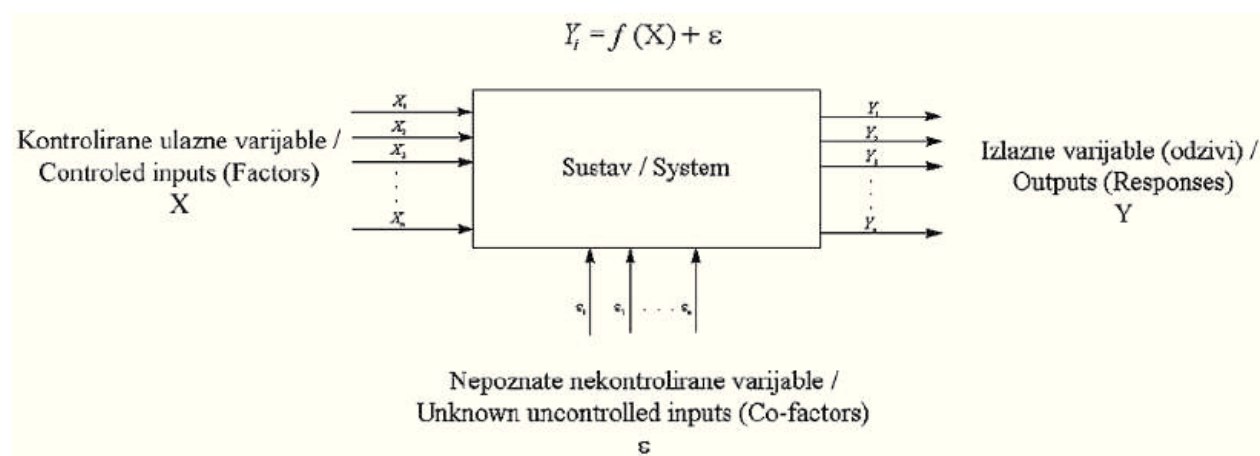


Slika 21. Poprečni presjek bloka (ploče) uzet s početka i kraja aluminijaskog bloka šarže 3157 i podjela na manje segmente (oznake 1 - 12)

3.2.1. STATISTIČKO PLANIRANJE POKUSA

Istraživanja u znanosti i inženjerstvu, s naglaskom na industriju, su u velikoj mjeri empirijska. Korištenje statističkih metoda planiranja pokusa može uvelike pripomoći efikasnosti samog procesa eksperimentiranja i tako dovesti do boljih i pouzdanijih zaključaka [54]. U inženjerstvu eksperimentiranje ima veliku ulogu pri razvoju novih proizvoda, a isto tako se poboljšava i proces proizvodnje.

Metoda crne kutije se koristi za prikazivanje pristupa eksperimentiranju, slika 22. Sustav ili proces se karakteriziraju s ulaznim varijablama, koje mogu biti kontrolirane i nekontrolirane te izlaznim varijablama, odnosno odzivima sustava. Termini statistike govore da su ulazne varijable nezavisni, a izlazne zavisni čimbenici. Varijable koje nisu kontrolirane te su nepoznate uzrok su pogreške mjerenja. Konačni cilj eksperimenta je utvrđivanje uzročno-posljedične veze [54].



Slika 22. Metoda crne kutije [54]

Odabir vrijednosti nezavisnih varijabli ima velik utjecaj na procjenu utjecaja čimbenika. Da bi bila osigurana precizna procjena utjecaja, podaci se moraju prikupiti na

pravilan način, a on ovisi o izabranom planu pokusa. Statističke metode planiranja za cilj imaju odabir pravog izbora plana za odabrani model s maksimalnom osjetljivošću prema procjeni parametara, a tako se postiže bolja pouzdanost procjene.

Sama svrha korištenja planiranja pokusa je dobiti što više informacija o istraživanom sustavu uz minimum eksperimentalnog i financijskog angažmana. Sastoji se od sustavnog odabira strukturiranog plana u kojem ulazni čimbenici variraju na organiziran način da bi se dobili utjecaji pojedinih čimbenika na stanoviti odziv, tj. da bi se optimizirao odziv s najmanje moguće varijabilnosti [54]. Ako se uspije oblikovati adekvatan plan pokusa, obzirom na više kriterija optimalnosti, on postaje primaran zadatak u procesu eksperimentiranja. Da bi se formirao što primjereniji plan pokusa potrebno je istražiti odnos utrošenih resursa u eksperimentiranju i ostvarene preciznosti modela. Odabir modela planova pokusa je osnovni problem eksperimentiranja, a osnovni pojam koji se koristi u području eksperimentiranja kao mjera adekvatnosti dobivenog modela je preciznost. Preciznost procjene usko je vezana za pogrešku koja se pojavljuje provedbom eksperimentalnih točaka. Izražava se kroz standardnu pogrešku koja se temelji na procijenjenoj varijanci i broju ponavljanja. Standardna pogreška se može koristiti za definiranje intervala povjerenja koji daje konkretnu sliku o mogućoj varijaciji promatrane, mjerene pojave [55].

Najčešći modeli iz grupe statistički planiranih pokusa su: jednostavni komparativni planovi; slučajni blokovski, latinski kvadrat i kvadrati s više abeceda; faktorski planovi prvog reda; faktorski planovi drugog višeg reda; centralno - kompozitni pokusi [8, 56].

3.2.1.1. UZIMANJE UZORAKA PO PLANU POKUSA „LATINSKI KVADRAT“

Model plana pokusa „latinski kvadrat“ spada u grupu ortogonalnih modela pokusa, tj. pripada grupi modela koje se uspješno primjenjuju u slučajevima pojava kod kojih se ne očekuju interakcije među izvorima varijabilnosti - faktorima procesa. Prilikom odabiranja adekvatne metode eksperimentiranja, uzete su u obzir dimenzije bloka (duljina, širina i visina) koje su međusobno očito mogući izvor varijabilnosti, ali bez mogućnosti interakcija - model se učinio primjerenim za utvrđivanje mogućih nehomogenosti sastava aluminijskih blokova, a shodno time i mehaničkih svojstava. Pojedine šarže lijevanja smatrale su se glavnim mogućim uzročnikom varijabilnosti i nehomogenosti u ovom slučaju - „latinski kvadrat“ je izabran kao plan pokusa baš zbog toga što omogućuje provjeru jednog izvora varijabilnosti. Pretpostavka je, sa šaržom, da bi i osnovne dimenzije odlivenog bloka (ploče) mogle biti izvor neželjenih varijabilnosti. Iz tog razloga se visina ploče (debljina bloka) i širina ploče (širina bloka) uzimaju kao još dva moguća izvora varijabilnosti. U konačnici, ovaj model se čini prikladnim za utvrđivanje eventualnih mikrostrukturnih nehomogenosti ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083.

„Latinski kvadrat“ je shema pokusa gdje se grupiranje pokusnih jedinica provodi prema dva različita kriterija ili u dva različita smjera (redovi i stupci). Svako tretiranje u svakom redu i u svakom stupcu se javlja samo jedanput. Redovi postaju „vodoravne“ repeticije, a stupci „okomite“ repeticije. Svaki red ili svaki stupac je cjelovito ponavljanje (repeticija), a time se omogućuje kontrola i procjena varijabilnosti uvjetovane različitošću između redova i između stupaca, odnosno izdvajanje tih dijelova varijabilnosti iz pogreške pokusa. Dvosmjerne repeticije su ujedno i ograničenje u primjeni - broj ponavljanja (vodoravnih i okomitih) mora biti jednak broju tretiranja pokusa [8, 61]. U matematici, „latinski kvadrat“ je ustvari matrica tipa $n \times n$, koja sadrži u sebi n broj elemenata koji će se pojaviti jednom u svakom stupcu i jednom u svakom retku [58]. Preporučuje se za pokuse s 5

do 8 ili maksimalno 10 tretiranja - zahtijeva se 5 - 8 - 10 ponavljanja. Preporučuje se korištenje gotovih shema [8, 57].

U danom primjeru korišten je „latinski kvadrat“ tipa 6×6 . Rabi se 6 tretiranja što uvjetuje 6 ponavljanja, a model predstavlja shema prikazana na slici 23.

Y_{ijk}		ŠIRINA PLOČE (j)					
VISINA PLOČE (i)		1.	2.	3.	4.	5.	6.
	1.	3159	3158	3157	3163	3162	3160
	2.	3158	3157	3163	3162	3160	3159
	3.	3157	3163	3162	3160	3159	3158
	4.	3163	3162	3160	3159	3158	3157
	5.	3162	3160	3159	3158	3157	3163
	6.	3160	3159	3158	3157	3163	3162

→ slučajni izbor

permutacije slučajnog izbora

Slika 23. Shema „latinskog kvadrata“, $n=6$

gdje su - vodoravne repeticije (redovi): *visina ploče*, tj. debljina bloka ($i = 1 - 6$), okomite repeticije (stupci): *širina ploče*, tj. širina bloka ($j = 1 - 6$) i tretiranja: ispitivane šarže aluminijske legure EN AW-5083 (3157, 3158, 3159, 3160, 3162, 3163).

Ovakav princip uzimanja uzoraka („latinski kvadrat“) proveden je na pločama odrezanih i s početka i s kraja izlivenih blokova gdje je 6 šarži = 12 ploča, sa segmenata 7 - 12, kao što je prikazano shemama na slikama 25 - 30 gdje je i - *visina ploče* (debljina bloka) i j - *širina ploče* (širina bloka).

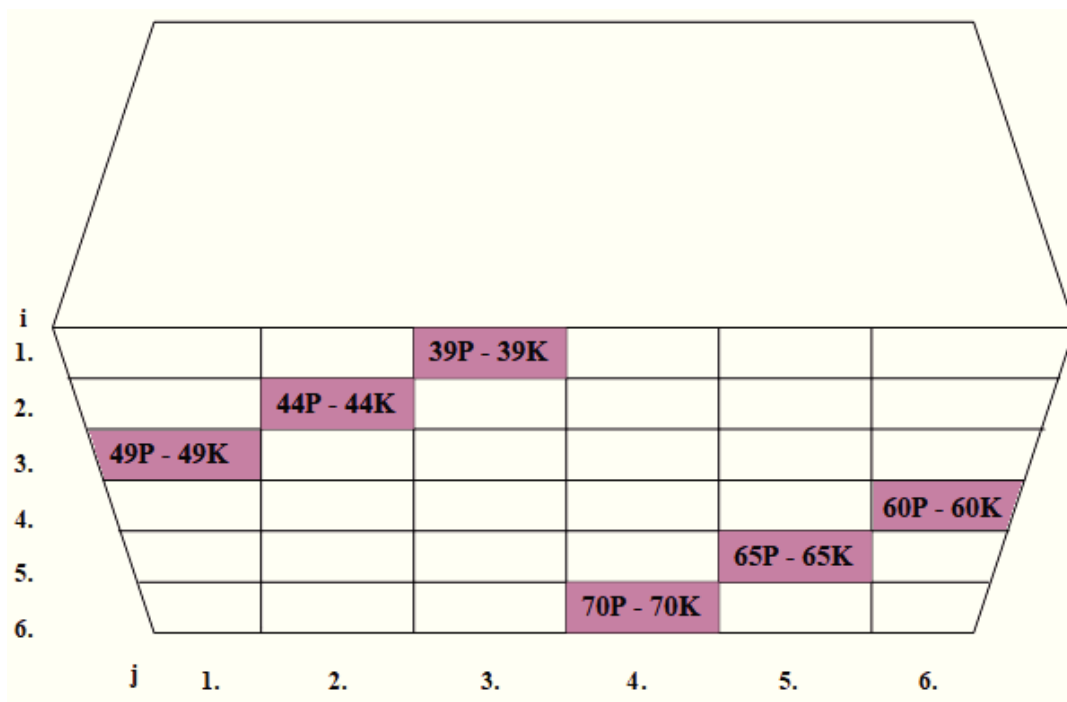
Ispitivanja su se provela na 6 segmenata: 7, 8, 9, 10, 11 i 12 koji predstavljaju stupce u shemi „latinskog kvadrata“ (*širina ploče*, $j = 1 - 6$), slika 23. Da bi se dobili redovi u shemi „latinskog kvadrata“ (*visina ploče*, $i = 1 - 6$), svaki ispitani segment je po visini prerezan na 6 jednakih dijelova. Tako su dobiveni manji komadi (isječki) iz kojih su uzimani uzorci za vlačna i metalografska ispitivanja te ispitivanja kemijskog sastava, što će biti opisano u poglavlju 3.2.2. i 3.2.3.

Uzorci koji su se uzeli iz ploča rezanih s početka blokova nose uz broj uzorka i oznaku P, a oni s kraja blokova nose oznaku K. Način uzimanja uzoraka za istu šaržu isti je za ploče uzete s početka i s kraja bloka, a za različite šarže uzorci su uzimani sukladno statističkom planu pokusa, prema rasporedu prikazanim u tablicama 18 - 23 i shematski na slikama 24 - 29 gdje su mjesta uzimanja uzoraka na svakom ispitanom bloku označena drugom bojom.

Za šaržu 3157, uzimanje uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja lijevanog bloka provedeno je prema rasporedu prikazanom u tablici 18 i prema shemi na slici 24.

Tablica 18. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3157

Oznaka uzorka	Visina ploče, i	Širina ploče, j
39P - 39K	1.	3.
44P - 44K	2.	2.
49P - 49K	3.	1.
60P - 60K	4.	6.
65P - 65K	5.	5.
70P - 70K	6.	4.

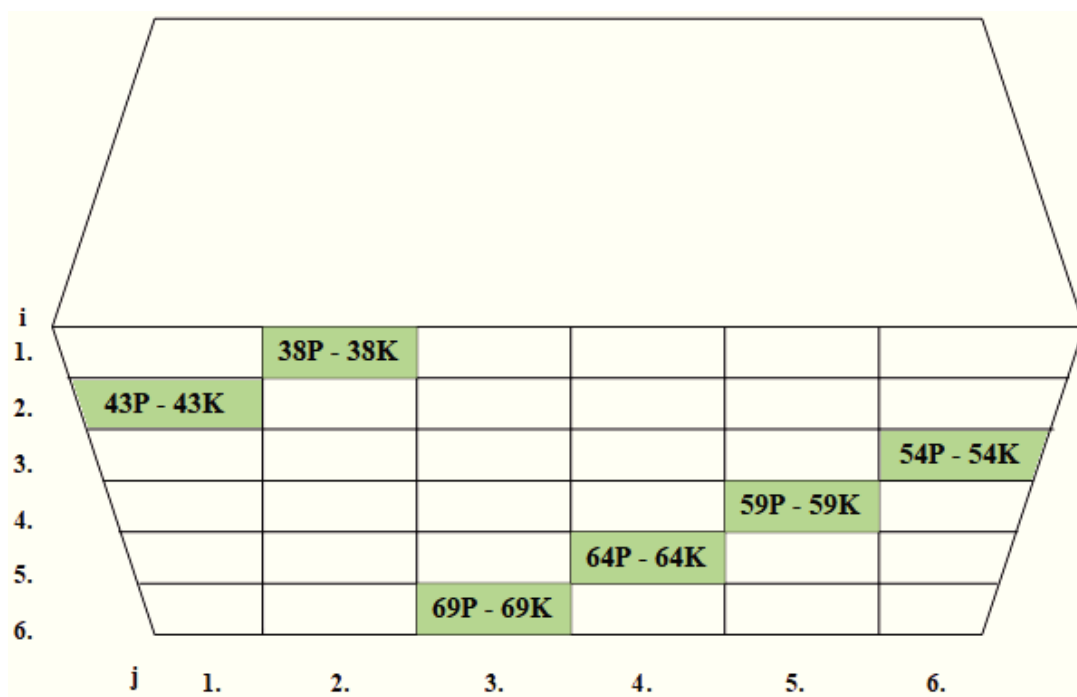


Slika 24. Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3157

Za šaržu 3158, uzimanje uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja lijevanog bloka provedeno je prema rasporedu prikazanom u tablici 19 i prema shemi na slici 25.

Tablica 19. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3158

Oznaka uzorka	Visina ploče, <i>i</i>	Širina ploče, <i>j</i>
38P - 38K	1.	2.
43P - 43K	2.	1.
54P - 54K	3.	6.
59P - 59K	4.	5.
64P - 64K	5.	4.
69P - 69K	6.	3.

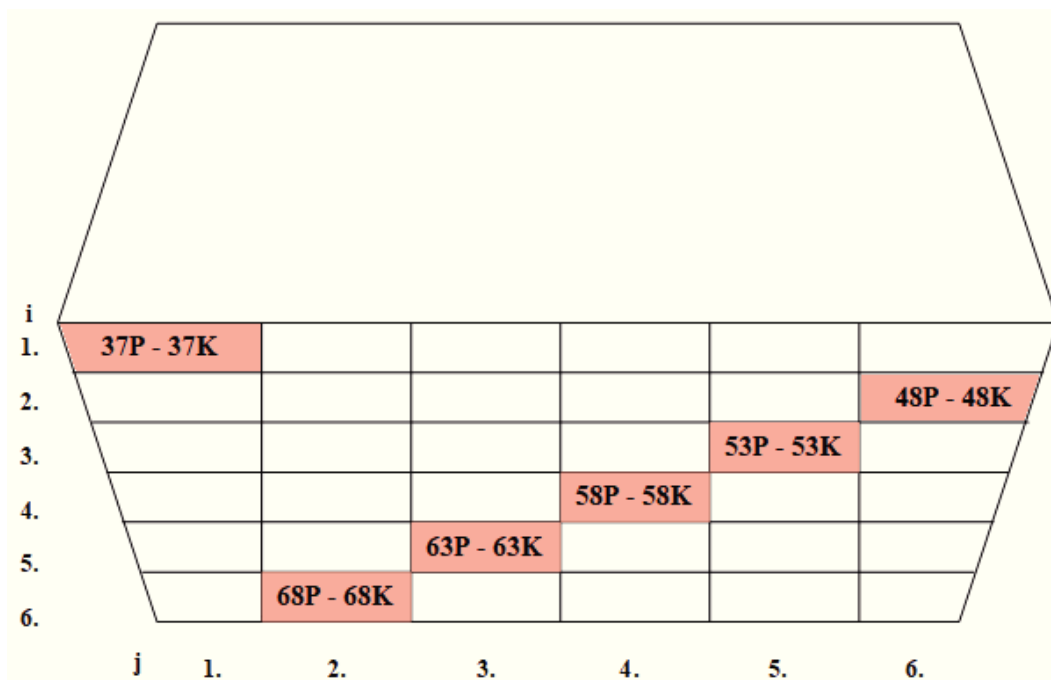


Slika 25. Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3158

Za šaržu 3159, uzimanje uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja lijevanog bloka provedeno je prema rasporedu prikazanom u tablici 20 i prema shemi na slici 26.

Tablica 20. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3159

Oznaka uzorka	Visina ploče, <i>i</i>	Širina ploče, <i>j</i>
37P - 37K	1.	1.
48P - 48K	2.	6.
53P - 53K	3.	5.
58P - 58K	4.	4.
63P - 63K	5.	3.
68P - 68K	6.	2.

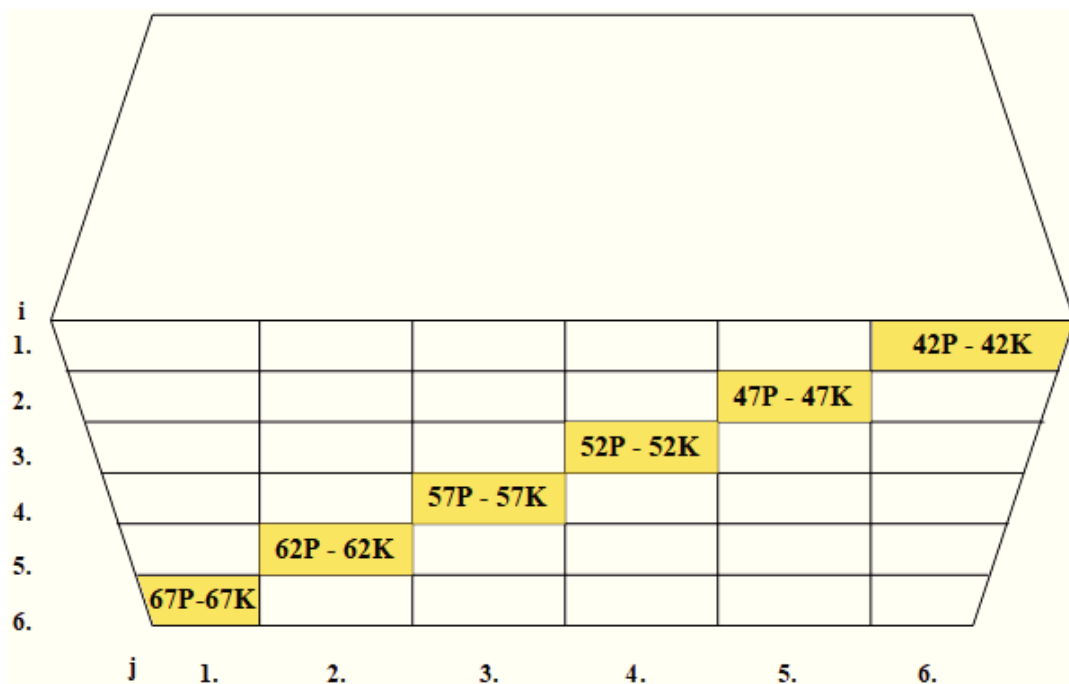


Slika 26. Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3159

Za šaržu **3160**, uzimanje uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja lijevanog bloka provedeno je prema rasporedu prikazanom u tablici 21 i prema shemi na slici 27.

Tablica 21. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3160

Oznaka uzorka	Visina ploče, <i>i</i>	Širina ploče, <i>j</i>
42P - 42K	1.	6.
47P - 47K	2.	5.
52P - 52K	3.	4.
57P - 57K	4.	3.
62P - 62K	5.	2.
67P - 67K	6.	1.

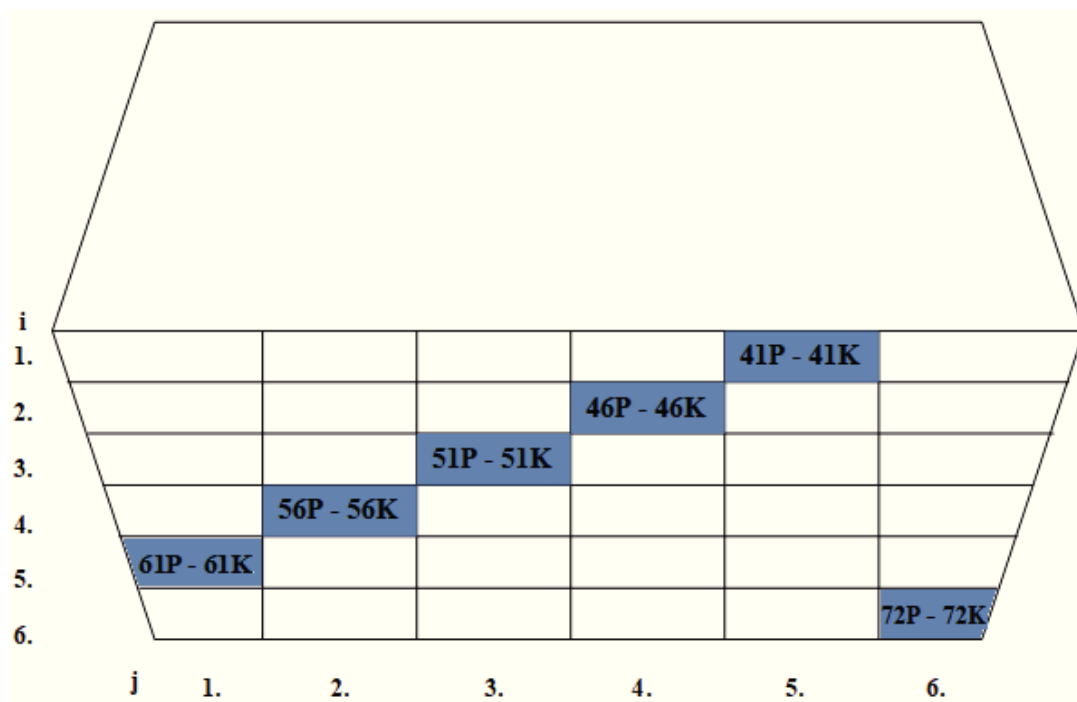


Slika 27. Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3160

Za šaržu **3162**, uzimanje uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja lijevanog bloka provedeno je prema rasporedu prikazanom u tablici 22 i prema shemi na slici 28.

Tablica 22. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3162

Oznaka uzorka	Visina ploče, <i>i</i>	Širina ploče, <i>j</i>
41P - 41K	1.	5.
46P - 46K	2.	4.
51P - 51K	3.	3.
56P - 56K	4.	2.
61P - 61K	5.	1.
72P - 72K	6.	6.

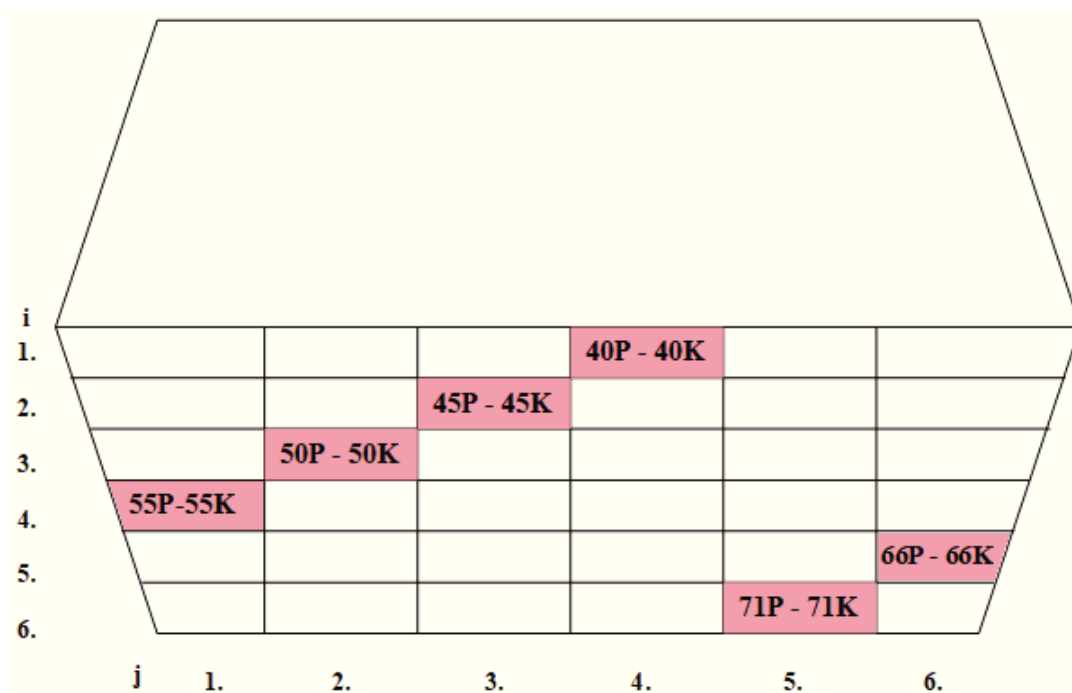


Slika 28. Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3162

Za šaržu **3163**, uzimanje uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja lijevanog bloka provedeno je prema rasporedu prikazanom u tablici 23 i prema shemi na slici 29.

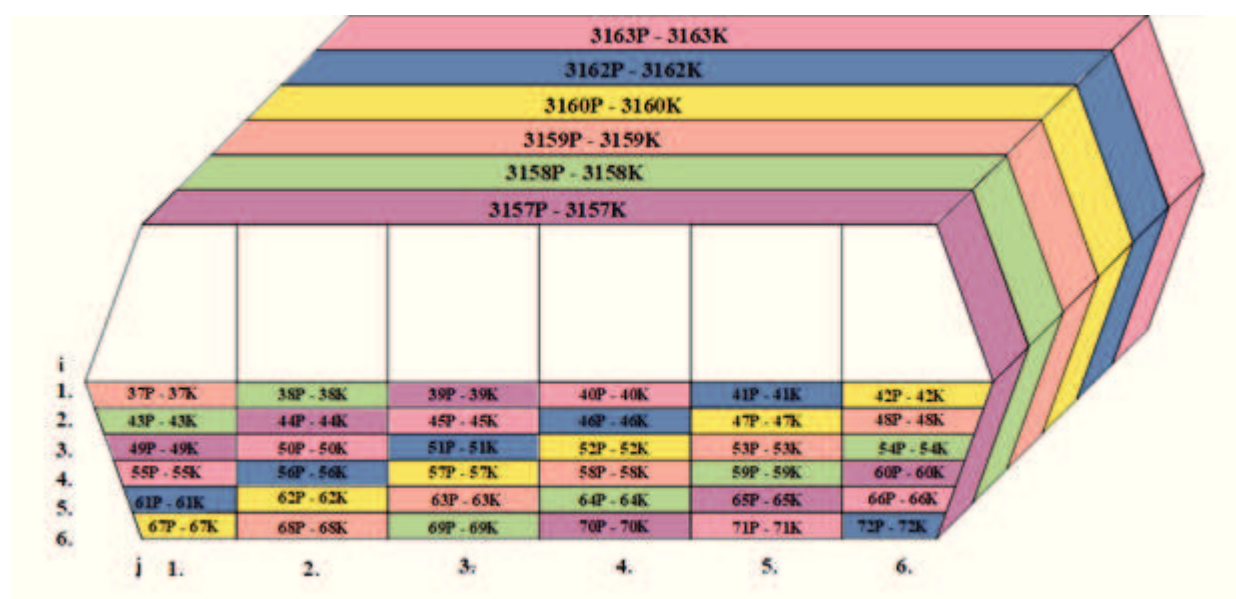
Tablica 23. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ s ploča uzetih s početka i kraja bloka šarže 3163

Oznaka uzorka	Visina ploče, <i>i</i>	Širina ploče, <i>j</i>
40P - 40K	1.	4.
45P - 45K	2.	3.
50P - 50K	3.	2.
55P - 55K	4.	1.
66P - 66K	5.	6.
71P - 71K	6.	5.



Slika 29. Shematski prikaz uzimanja uzoraka s ploča uzetih s početka i s kraja bloka šarže 3163

U tablici 24 prikazan je cijeli prikaz uzimanja uzoraka sa svih ploča, gdje je uzimano s početka i kraja 6 ispitivanih blokova, a shematski je vidljiv na slici 30. Svaka boja predstavlja jedan ispitivani blok, odnosno šaržu.



Slika 30. Prikaz uzimanja uzoraka kroz svih 6 ispitivanih blokova

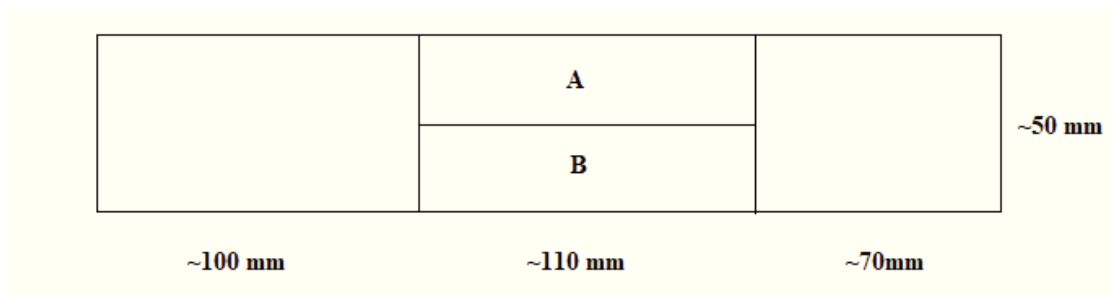
Tablica 24. Raspored uzimanja uzoraka prema planu pokusa „latinski kvadrat“ sa svih ploča uzetih s početka i kraja 6 ispitivanih blokova

Oznaka uzorka	Visina ploče, <i>i</i>	Širina ploče, <i>j</i>	Šarža
37P - 37K	1.	1.	3159P - K
38P - 38K	1.	2.	3158P - K
39P - 39K	1.	3.	3157P - K
40P - 40K	1.	4.	3163P - K
41P - 41K	1.	5.	3162P - K
42P - 42K	1.	6.	3160P - K
43P - 43K	2.	1.	3158P - K
44P - 44K	2.	2.	3157P - K
45P - 45K	2.	3.	3163P - K
46P - 46K	2.	4.	3162P - K
47P - 47K	2.	5.	3160P - K
48P - 48K	2.	6.	3159P - K
49P - 49K	3.	1.	3157P - K
50P - 50K	3.	2.	3163P - K
51P - 51K	3.	3.	3162P - K
52P - 52K	3.	4.	3160P - K
53P - 53K	3.	5.	3159P - K
54P - 54K	3.	6.	3158P - K
55P - 55K	4.	1.	3163P - K
56P - 56K	4.	2.	3162P - K
57P - 57K	4.	3.	3160P - K
58P - 58K	4.	4.	3159P - K
59P - 59K	4.	5.	3158P - K
60P - 60K	4.	6.	3157P - K
61P - 61K	5.	1.	3162P - K
62P - 62K	5.	2.	3160P - K
63P - 63K	5.	3.	3159P - K
64P - 64K	5.	4.	3158P - K
65P - 65K	5.	5.	3157P - K
66P - 66K	5.	6.	3163P - K
67P - 67K	6.	1.	3160P - K
68P - 68K	6.	2.	3159P - K
69P - 69K	6.	3.	3158P - K
70P - 70K	6.	4.	3157P - K
71P - 71K	6.	5.	3163P - K
72P - 72K	6.	6.	3162P - K

3.2.2. ISPITIVANJE VLAČNIH SVOJSTAVA

Na uzorcima uzetima iz blokova aluminijske legure EN AW-5083 ispitivana su vlačna svojstva. Ta ispitivanja su obuhvaćala mjerenja vlačne čvrstoće, granice proporcionalnosti i izduženja. Sa svakog odrezanog isječka - 36 komada s početka i 36 komada s kraja bloka, uzeta su dva paralelna uzorka A i B da bi se mogla provesti ispitivanja. Iz paralelnih uzoraka A i B, vidljivih na slici 31, izrađena je po jedna epruveta za vlačna ispitivanja, prema normi za statičko vlačno ispitivanje pri sobnoj temperaturi ISO 6892-1:2016 [59]. Kao rezultat uzimana je njihova srednja vrijednost. Epruvete za vlačna

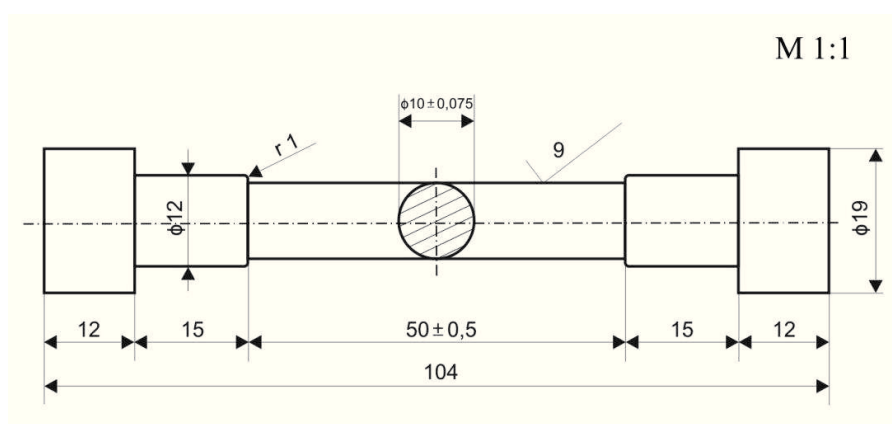
ispitivanja izrađene su prema shemi na slici 32. s označenim dimenzijama. Tako dobivene epruvete, s početka i kraja ispitivanih blokova prikazane su na slici 32.



Slika 31. Mjesto uzimanja uzoraka s isječka za vlačna ispitivanja

A – mjesto uzimanja uzorka A za vlačna ispitivanja

B – mjesto uzimanja uzorka B za vlačna ispitivanja



Slika 32. Shema epruvete za vlačna ispitivanja s naznačenim dimenzijama mjernog područja

Vlačna ispitivanja provedena su na kidalici Roell-Korthaus AMSLER, tipa 10THZ722, maksimalne sile razvlačenja do 100 kN.

3.2.3. ISPITIVANJE MIKROSTRUKTURE

Nakon vlačnih ispitivanja, odrezale su se glave epruveta za vlačna ispitivanja uzetih s pozicije A. Glave su odrezane u uređaju za rezanje koji je hlađen vodom te su se dalje koristile za metalografsku analizu.

3.2.3.1. METALOGRAFSKA PRIPREMA UZORAKA

Nakon što su se izrezale glave uzoraka, provedena je njihova automatska priprema – pripremila im se površina u svrhu ispitivanja na svjetlosnom mikroskopu. Automatska priprema uzoraka uključuje brušenje i poliranje te zbog toga uzorci moraju biti u obliku valjčica promjera 30 mm. Uzorci se ulažu u dvokomponentnu hladnopolarizirajuću masu Varidur 20, slika 33 a) Taj postupak ulaganja uzoraka naziva se hladnim postupkom ulaganja. Masa u praškasta:tekuća = 2:1. Visina mase u kalupima mora biti manja od visine uzoraka, slika 33 b). Nakon pripreme uzoraka slijedi postupak elektrolitičkog nagrivanja gdje se donja

površina uzorka (odnosno površina koja se brusila i polirala) elektrolitički nagriza, a gornja površina uzorka služi za kontakt kleme i uzorka da bi se ostvario protok struje kroz materijal te da dođe do reakcije. Nakon ulaganja u masu uzorci su brušeni pod mlazom vode na uređaju za automatsku pripremu uzoraka Vector LC (Buehler), slika 33. c), s brusnim papirima gradacije 180, 240, 400, 600, 800 i 1000, pod mlazom vode.



a)



b)



c)

Slika 33. Metalografska priprema uzoraka

a) dvokomponentna hladnopolarizirajuća masa Varidur 20

b) ulaganje uzorka u masu

c) uređaj za automatsku pripremu uzoraka Vector LC (Buehler)

Brušenje je najvažnija faza pripreme uzoraka koje za cilj ima smanjiti mehanička oštećenja površine na najmanju moguću mjeru, a koja se moraju ukloniti u sljedećoj fazi poliranjem. Ovisno o gradaciji brusnog papira, uzorci su brušeni između 3 i 10 min po brusnom papiru kod sile opterećenja od 10 N i brzine okretanja rotacijskog diska 150 okr./min. Nakon brušenja na najfinijoj gradaciji uzorci se poliraju na odgovarajućoj tkanini vodenom otopinom glinice granulacije 0,3 μm , na istom uređaju i pri istim uvjetima. Na kraju se uzorci ispiru u vodi, nakon toga u alkoholu i suše se u struji vrućeg zraka.

3.2.3.2. ELEKTROLITIČKO NAGRIZANJE UZORAKA

Elektrolitičko nagrizanje površine uzoraka (anodizacija) služi za otkrivanje granica zrna i za njihovu kvalifikaciju. Ono se provodi istosmjernom strujom različitih napona (10 i 20 V) i trajanja (60 do 270 s) u Barkerovom reagensu (5 ml HBF_4 (48%) + 200 ml H_2O). Anodizacija ili anodna oksidacija je postupak elektrolitskog nagrizanja da bi se nanio oksidni film na površinu metala koji je često nadgrađen - epitaksijalan, na strukture zrna.

Interferentne boje koje se dobiju funkcija su anodnog filma, a on ovisi o voltaži anodizacije, otopini i/ili strukturi prisutnoj u uzorku. Ovaj postupak omogućuje dobru razlučivost između različito obojenih zrna, gdje operater sam „namješta“ boje da bi se dobio najbolji kontrast između susjednih zrna u svrhu preciznijeg i točnijeg naknadnog mjerenja.

Uzorak se prihvaća klemom tako da mu je samo površina uronjena u otopinu za nagrizzanje, slika 34. Uzorak se ponaša kao anoda, a platinska elektroda, koja je također uronjena u otopinu, se ponaša kao katoda. Nagrizzena površina ispiri se vodom, nakon toga alkoholom i suši u struji vrućeg zraka.

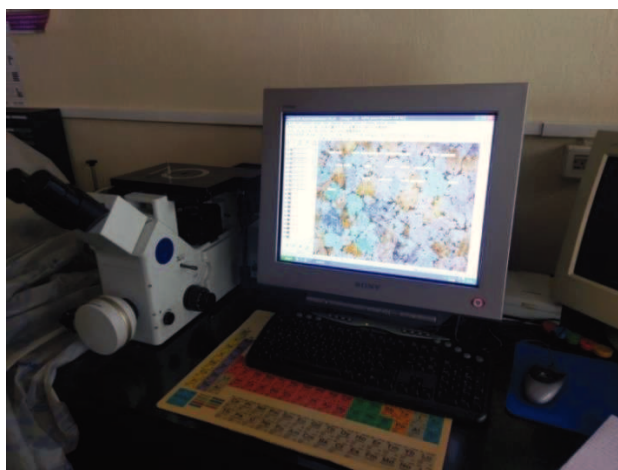


Slika 34. Elektrolitičko nagrizzanje uzoraka (aparatura)

3.2.3.3. ODREĐIVANJE VELIČINE ZRNA POMOĆU SVJETLOSNOG MIKROSKOPA

Kako je već navedeno, elektrolitičkim nagrizzanjem površine uzoraka dobivaju se interferentne boje granica zrna. Granice jednog zrna određuje prisutnost različitih boja koje nastaju zbog različitog kuta upada i refleksije svjetlosti od površine zrna. Kad je obojenje zrna takvo da se mogu odrediti granice zrna, ponavljanje postupka nagrizzanja prestaje te se pomoću svjetlosnog mikroskopa snima određen broj slika na kojima se, uz pomoć računala, statistički određuje prosječna veličina zrna te broj zrna po jedinici površine.

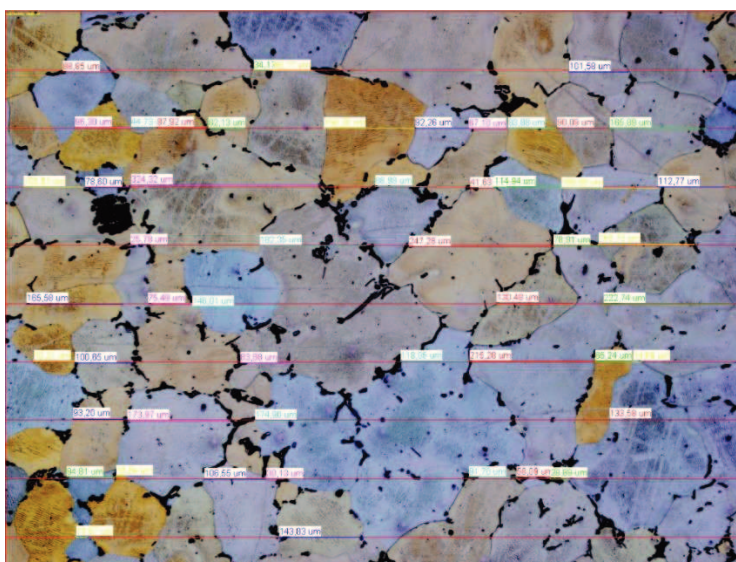
Metalografska ispitivanja provedena su na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX 51 s digitalnom kamerom Olympus DP70, i sustavom za automatsku obradu slike je AnalySIS[®] Materials Research Lab, s povećanjem 100x, slika 35. „AnalySIS[®] Materials Research Lab“ je dio „Soft Imaging Sistem's“ serije software paketa za proučavanja strukture materijala. Software automatski računa srednju duljinu presijecanja zrna \bar{l} , iz koje se linearnom aproksimacijom [60] izračuna broj zrna po jedinici ispitivane površine za n mjerenih područja, N_A [No./mm²] ili G -broj.



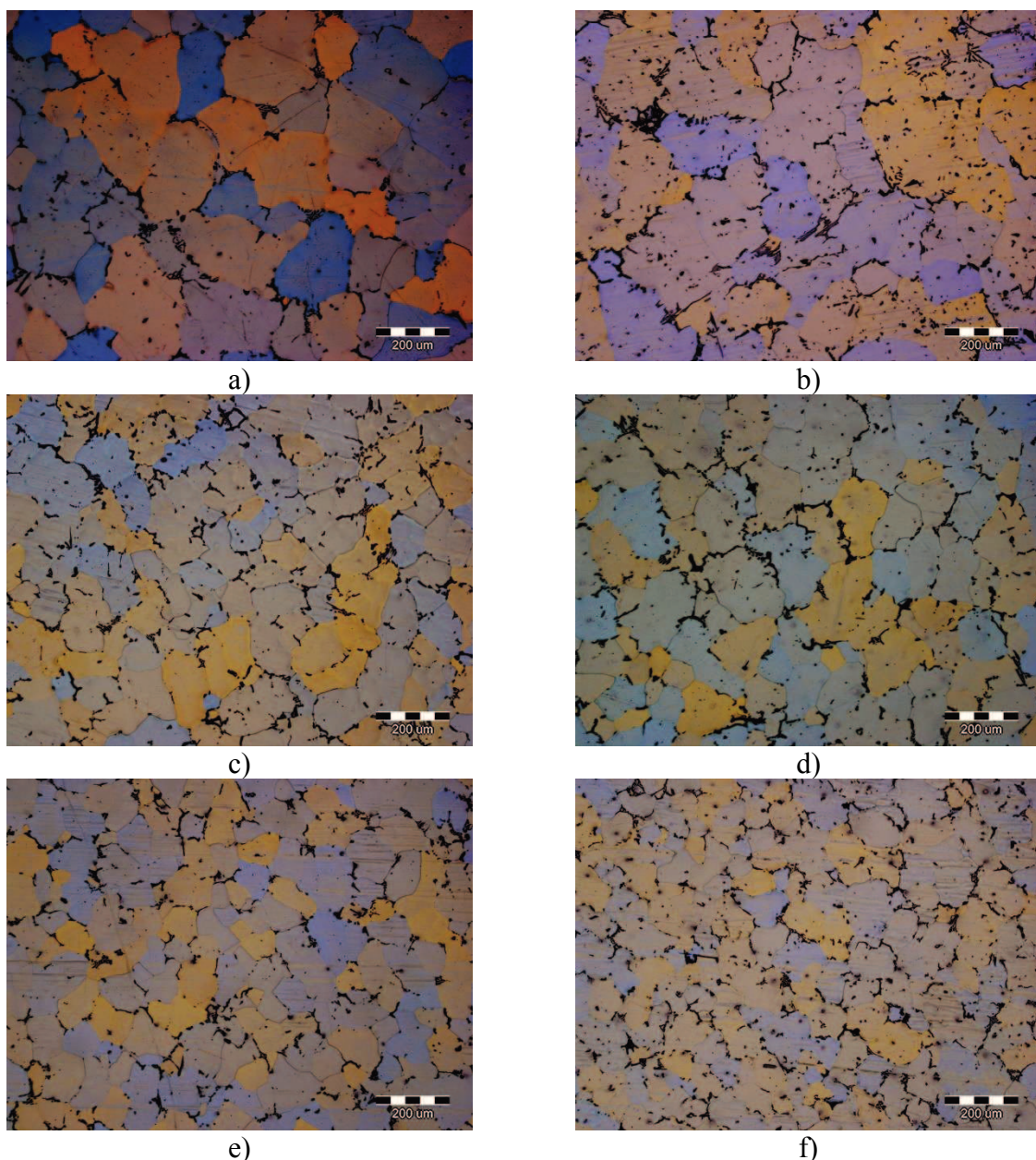
Slika 35. Svjetlosni mikroskop Olympus GX51 opremljen digitalnom kamerom Olympus DP70 i programskim paketom Analysis® Materials Research Lab

3.2.3.4. POLUAUTOMATSKA METODA MJERENJA VELIČINE ZRNA MJERENJEM DULJINE PRESIJEKANJA ZRNA \bar{l}

Poluautomatska metoda mjerenja veličine zrna mjerenjem duljine presijecanja zrna (eng. *intercept procedure*) obuhvaća da operater ručno odredi minimalno 500 duljina presijecanja zrna da bi rezultat bio statistički opravdan. *Software* automatski računa prosječnu (srednju) duljinu presijecanja \bar{l} [μm] iz koje se linearnom aproksimacijom iz norme ASTM 112-96 [60] izračuna srednji broj zrna po jedinici površine za n mjerenih područja \overline{N}_A [N_0/mm^2] ili G - broj. Nakon nagrizanja uzoraka na njima se provodi mjerenje veličine zrna metodom mjerenja duljine presijecanja zrna, a primjer određivanja duljine presijecanja zrna uzorka 48PA iz šarže 3159P je prikazan na slici 36.



Slika 36. Primjer određivanja veličine zrna poluautomatskom metodom mjerenja duljine presijecanja zrna na uzorku 48PA iz šarže 3159P nagriženim Barkerovim reagensom promatran pod polarizacijskim svjetlom uz dodatak tintnog filtra



Slika 38. Snimke mikrostrukture uzoraka šarže 3157 aluminijске legure EN AW-5083

*a) uzorak 39KA, b) uzorak 44KA, c) uzorak 49KA,
d) uzorak 60KA, e) uzorak 65KA, f) uzorak 70KA*

Vizualnom usporedbom slika 37 i 38 vidljivo je da se broj zrna na uzorcima uzetih iz istih šarži ponašaju slično na početku i na kraju lijevanja - broj zrna se povećava od rubova prema unutarnjem dijelu bloka što je i očekivano radi veće brzine hlađenja na rubovima bloka, odnosno ploče. Radi točne kvantifikacije provodi se mjerenje veličine, odnosno broja zrna jednom od standardiziranih metoda.

U tablicama 25 i 26 prikazani su rezultati mjerenja veličine, odnosno broja zrna uzoraka nagriženih Barkerovim reagensom dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerenjem srednje duljine presjeka zrna svih uzoraka s početka i kraja blokova aluminijске legure EN AW-5083. U tablicama \bar{l} predstavlja srednju duljinu presijecanja u [μm], iz koje se linearnom aproksimacijom [64] izračuna srednji broj zrna po jedinici ispitivane površine \bar{N}_A ili *G-broj*.

Tablica 25. Rezultati mjerenja broja zrna po jedinici ispitivane površine N_A dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerenjem srednje duljine presjecanja zrna za uzorke uzete s početka blokova aluminijske legure EN AW-5083

Oznaka uzorka	\bar{l} [μm]	Broj presjeka, count	G - broj	\bar{N}_A [No./mm ²]
37PA	94,92	546	3,51	88,11
38PA	94,64	543	3,52	88,79
39PA	99,95	510	3,37	80,76
40PA	101,26	563	3,33	78,89
41PA	97,77	553	3,43	83,87
42PA	96,48	680	3,46	85,71
43PA	90,75	515	3,64	105,97
44PA	108,97	511	3,11	67,89
45PA	115,74	527	2,94	59,76
46PA	100,43	534	3,35	80,08
47PA	97,14	545	3,44	84,77
48PA	96,12	539	3,47	86,22
49PA	88,79	576	3,71	102,80
50PA	105,52	500	3,21	72,81
51PA	95,23	506	3,50	87,49
52PA	108,50	511	3,13	68,56
53PA	94,24	526	3,53	89,75
54PA	89,34	545	3,69	101,53
55PA	93,06	547	3,57	92,59
56PA	82,16	527	3,93	118,80
57PA	84,31	586	3,86	113,63
58PA	97,43	568	3,44	97,43
59PA	98,19	545	3,40	83,27
60PA	92,56	518	3,58	93,79
61PA	81,93	527	3,94	119,36
62PA	83,37	555	3,89	115,89
63PA	92,97	541	3,57	93,24
64PA	78,25	515	4,07	131,08
65PA	77,60	546	4,09	133,71
66PA	96,26	548	3,47	86,03
67PA	76,65	521	4,13	137,55
68PA	72,41	613	4,30	154,69
69PA	76,71	593	4,13	137,31
70PA	72,38	602	4,30	154,82
71PA	79,33	536	4,03	126,71
72PA	82,84	604	3,91	117,17

Tablica 26. Rezultati mjerenja veličine zrna N_A dobiveni poluautomatskom metodom određivanja veličine zrna mjerenjem srednje duljine presjecanja zrna za uzorke uzete s kraja blokova aluminijske legure EN AW-5083

Oznaka uzorka	\bar{l} [μm]	Broj presjeka, count	G - broj	\bar{N}_A [No./mm ²]
37KA	83,46	597	3,89	115,68
38KA	114,63	503	2,96	60,70
39KA	114,18	502	2,97	61,08
40KA	124,62	502	2,73	52,22
41KA	107,68	504	3,15	69,73
42KA	89,53	507	3,68	101,08
43KA	83,05	532	3,90	118,89
44KA	108,95	500	3,12	67,92
45KA	126,72	529	2,68	50,44
46KA	104,27	527	3,25	74,60
47KA	99,16	513	3,39	81,89
48KA	80,79	575	3,97	122,10
49KA	80,83	586	3,97	122,00
50KA	111,68	534	3,03	63,74
51KA	95,49	567	3,49	87,12
52KA	104,77	531	3,23	73,88
53KA	95,92	553	3,48	86,51
54KA	96,69	509	3,46	85,41
55KA	104,88	558	3,23	73,73
56KA	95,70	524	3,48	86,82
57KA	86,52	587	3,78	108,32
58KA	91,69	543	3,61	95,88
59KA	98,16	537	3,40	83,31
60KA	95,30	509	3,49	87,39
61KA	81,72	523	3,94	119,86
62KA	81,10	528	3,96	121,35
63KA	77,59	583	4,09	133,75
64KA	88,42	500	3,72	103,75
65KA	82,35	514	3,92	118,35
66KA	86,51	533	3,78	108,34
67KA	72,09	625	4,31	155,99
68KA	68,96	546	4,43	168,65
69KA	71,62	514	4,33	157,89
70KA	77,90	563	4,08	132,49
71KA	80,43	555	3,99	122,97
72KA	74,88	500	4,20	144,74

Pregledom tablice 25 uočava se da najmanja srednja duljina presijecanja zrna na uzorcima s početka ispitivanih blokova iznosi 72,38 μm ($G\text{-broj} = 4,30$) za uzorak 70PA (šarža 3157P), što iznosi $N_A = 154,82$ No./mm², a najveća za uzorak 45PA (šarža 3163P) od 115,74 μm ($G\text{-broj} = 2,94$) što iznosi $N_A = 59,76$ No./mm². Iz tablice 26 uočava se da je najmanja srednja duljina presijecanja zrna dobivena na kraju ispitivanih blokova nešto manja nego na početku i iznosi 68,96 μm ($G\text{-broj} = 4,43$) za uzorak 68KA (šarža 3159K) što odgovara $N_A = 168,65$ No./mm². Najveća srednja duljina presijecanja zrna dobivena je na uzorku 45KA (šarža 3163K) od 126,72 μm ($G\text{-broj} = 2,68$) što odgovara $N_A = 50,44$ No./mm².

4.2. REZULTATI ISPITIVANJA VLAČNIH SVOJSTAVA

U tablici 27. prikazani su rezultati mjerenja vlačne čvrstoće R_m za uzorke uzete s početka i kraja ispitivanih aluminijskih blokova.

Tablica 27. Rezultati mjerenja vlačne čvrstoće R_m uzoraka uzetih s početka i s kraja ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083

Oznaka uzorka	R_m [MPa]	$\overline{R_m}$ [MPa]	Oznaka uzorka	R_m [MPa]	$\overline{R_m}$ [MPa]
37PA; 37PB	261; 262	261,5	37KA; 37KB	262; 258	260,0
38PA; 37PB	248; 250	249,0	38KA; 38KB	241; 240	240,5
39PA; 39PB	229; 235	232,0	39KA; 39KB	217; 241	229,0
40PA; 40PB	241; 248	244,5	40KA; 40KB	239; 231	235,0
41PA; 41PB	547; 249	248,0	41KA; 41KB	238; 247	242,5
42PA; 42PB	266; 263	264,5	42KA; 42KB	262; 265	236,5
43PA; 43PB	263; 262	262,5	43KA; 43KB	263; 263	263,0
44PA; 44PB	237; 241	239,0	44KA; 44KB	245; 248	246,5
45PA; 45PB	249; 255	252,0	45KA; 45KB	251; 257	254,0
46PA; 46PB	246; 249	247,5	46KA; 46KB	251; 256	253,5
47PA; 47PB	254; 256	255,0	47KA; 47KB	252; 258	255,0
48PA; 48PB	261; 259	260,0	48KA; 48KB	258; 262	260,0
49PA; 49PB	250; 250	250,0	49KA; 49KB	261; 260	260,5
50PA; 50PB	257; 261	258,5	50KA; 50KB	257; 262	259,5
51PA; 51PB	252; 256	254,0	51KA; 51KB	253; 257	255,0
52PA; 52PB	257; 261	259,0	52KA; 52KB	258; 263	260,5
53PA; 53PB	254; 261	257,5	53KA; 53KB	256; 260	258,0
54PA; 54PB	263; 262	262,5	54KA; 54KB	266; 272	269,0
55PA; 55PB	262; 263	262,5	55KA; 55KB	262; 263	262,5
56PA; 56PB	258; 261	259,5	56KA; 55KB	260; 263	261,5
57PA; 57PB	260; 263	261,5	57KA; 57KB	262; 266	264,0
58PA; 58PB	261; 268	264,5	58KA; 58KB	260; 266	263,0
59PA; 59PB	263; 267	265,0	59KA; 59KB	265; 266	265,5
60PA; 60PB	253; 254	253,5	60KA; 60KB	262; 265	263,5
61PA; 61PB	260; 262	261,0	61KA; 61KB	261; 263	262,0
62PA; 62PB	265; 264	264,5	62KA; 62KB	269; 269	269,0
63PA; 63PB	265; 265	265,0	63KA; 63KB	267; 267	267,0
64PA; 64PB	266; 267	266,5	64KA; 64KB	262; 248	255,0
65PA; 65PB	255; 257	256,0	65KA; 65KB	265; 264	266,5
66PA; 66PB	262; 263	262,5	66KA; 66KB	269; 272	273,0
67PA; 67PB	263; 259	261,0	67KA; 67KB	275; 270	272,5
68PA; 68PB	265; 259	262,0	68KA; 68KB	265; 257	261,0
69PA; 69PB	269; 262	265,5	69KA; 69KB	268; 254	261,0
70PA; 70PB	266; 259	262,5	70KA; 70KB	261; 269	265,0
71PA; 71PB	265; 261	263,0	71KA; 71KB	265; 266	265,5
72PA; 72PB	262; 266	264,0	72KA; 72KB	271; 273	272,0

Srednje vrijednosti vlačne čvrstoće R_m za uzorke uzete s početka blokova nalaze se u rasponu od 232,0 MPa (uzorak 39PA - šarža 3157P) do 266,5 MPa (uzorak 64PA - šarža 3158P). Srednje vrijednosti vlačne čvrstoće R_m za uzorke uzete s kraja blokova nalaze se u rasponu od 229,0 MPa (uzorak 39KA - šarža 3157K) do 273 MPa (uzorak 66KA - šarža 3163K).

U tablici 28 prikazani su rezultati mjerenja granice proporcionalnosti $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s početka i kraja ispitivanih aluminijskih blokova.

Tablica 28. Rezultati mjerenja granice proporcionalnosti $R_{p0.2}$ uzoraka uzetih s početka i s kraja ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083

Oznaka uzorka	$R_{p0.2}$ [MPa]	$\overline{R}_{p0.2}$ [MPa]	Oznaka uzorka	$R_{p0.2}$ [MPa]	$\overline{R}_{p0.2}$ [MPa]
37PA; 37PB	195; 181	188,0	37KA; 37KB	191; 201	196,0
38PA; 37PB	201; 175	188,0	38KA; 38KB	164; 182	173,0
39PA; 39PB	192; 172	182,0	39KA; 39KB	166; 195	180,5
40PA; 40PB	189; 178	183,5	40KA; 40KB	179; 204	191,5
41PA; 41PB	180; 219	199,5	41KA; 41KB	220; 207	213,5
42PA; 42PB	179; 197	188,0	42KA; 42KB	229; 191	210,0
43PA; 43PB	193; 164	178,5	43KA; 43KB	165; 183	174,0
44PA; 44PB	164; 193	178,5	44KA; 44KB	194; 168	181,0
45PA; 45PB	173; 197	185,0	45KA; 45KB	189; 191	190,0
46PA; 46PB	191; 176	183,5	46KA; 46KB	199; 169	184,0
47PA; 47PB	199; 203	201,0	47KA; 47KB	186; 206	196,0
48PA; 48PB	215; 210	212,5	48KA; 48KB	206; 200	203,0
49PA; 49PB	163; 189	176,0	49KA; 49KB	176; 192	184,0
50PA; 50PB	207; 173	190,0	50KA; 50KB	175; 176	175,5
51PA; 51PB	166; 198	182,0	51KA; 51KB	201; 176	188,5
52PA; 52PB	193; 211	202,0	52KA; 52KB	216; 168	192,0
53PA; 53PB	208; 219	213,5	53KA; 53KB	226; 186	206,0
54PA; 54PB	214; 192	203,0	54KA; 54KB	242; 186	214,0
55PA; 55PB	200; 206	203,0	55KA; 55KB	222; 200	211,0
56PA; 56PB	202; 190	196,0	56KA; 55KB	170; 207	188,5
57PA; 57PB	172; 171	171,5	57KA; 57KB	177; 222	199,5
58PA; 58PB	173; 242	207,5	58KA; 58KB	176; 202	189,0
59PA; 59PB	211; 210	210,5	59KA; 59KB	203; 188	195,5
60PA; 60PB	198; 191	194,5	60KA; 60KB	219; 178	198,5
61PA; 61PB	213; 204	208,5	61KA; 61KB	211; 181	196,0
62PA; 62PB	203; 194	198,5	62KA; 62KB	177; 215	196,0
63PA; 63PB	174; 211	192,5	63KA; 63KB	171; 173	172,0
64PA; 64PB	175; 169	172,0	64KA; 64KB	198; 244	221,0
65PA; 65PB	213; 189	201,0	65KA; 65KB	175; 203	189,0
66PA; 66PB	192; 171	181,5	66KA; 66KB	232; 172	202,0
67PA; 67PB	187; 178	182,5	67KA; 67KB	178; 169	173,5
68PA; 68PB	178; 198	188,0	68KA; 68KB	198; 206	202,0
69PA; 69PB	178; 190	184,0	69KA; 69KB	167; 198	182,5
70PA; 70PB	198; 181	189,5	70KA; 70KB	239; 192	215,5
71PA; 71PB	212; 190	201,0	71KA; 71KB	218; 199	208,5
72PA; 72PB	186; 194	190,0	72KA; 72KB	234; 181	207,5

Srednje vrijednosti granice proporcionalnosti $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s početka blokova nalaze se u rasponu od 171,5 MPa (uzorak 57PA - šarža 3160P) do 213,5 MPa (uzorak 53PA - šarža 3159P). Srednje vrijednosti granice proporcionalnosti $R_{p0.2}$ za uzorke uzete s kraja blokova nalaze se u rasponu od 172,0 MPa (uzorak 63KA - šarža 3159K) do 221 MPa (uzorak 64KA - šarža 3158K).

U tablici 29 prikazani su rezultati mjerenja izduženja A_{50} za uzorke uzete s početka i kraja ispitivanih aluminijskih blokova.

Tablica 29. Rezultati mjerenje izduženja A_{50} , uzoraka uzetih s početka i s kraja ispitivanih blokova aluminijske legure EN AW-5083

Oznaka uzorka	A_{50} [%]	\overline{A}_{50} [%]	Oznaka uzorka	A_{50} [%]	\overline{A}_{50} [%]
37PA; 37PB	20; 22	21,0	37KA; 37KB	20; 16	18,0
38PA; 37PB	22; 22	22,0	38KA; 38KB	20; 14	17,0
39PA; 39PB	20; 14	17,0	39KA; 39KB	16; 16	16,0
40PA; 40PB	18; 16	17,0	40KA; 40KB	14; 16	15,0
41PA; 41PB	18; 20	19,0	41KA; 41KB	22; 20	21,0
42PA; 42PB	26; 24	25,0	42KA; 42KB	20; 23	21,5
43PA; 43PB	22; 21	21,5	43KA; 43KB	18; 24	21,0
44PA; 44PB	18; 18	18,0	44KA; 44KB	16; 12	14,0
45PA; 45PB	16; 18	17,0	45KA; 45KB	14; 16	15,0
46PA; 46PB	16; 18	17,0	46KA; 46KB	18; 20	19,0
47PA; 47PB	21; 20	20,5	47KA; 47KB	17; 18	17,5
48PA; 48PB	22; 20	21,0	48KA; 48KB	18; 18	18,0
49PA; 49PB	22; 20	21,0	49KA; 49KB	20; 22	21,0
50PA; 50PB	16; 22	19,0	50KA; 50KB	18; 20	19,0
51PA; 51PB	18; 20	19,0	51KA; 51KB	18; 18	18,0
52PA; 52PB	24; 22	23,0	52KA; 52KB	18; 20	19,0
53PA; 53PB	20; 20	20,0	53KA; 53KB	18; 17	17,5
54PA; 54PB	22; 22	22,0	54KA; 54KB	24; 24	24,0
55PA; 55PB	22; 24	23,0	55KA; 55KB	20; 22	21,0
56PA; 56PB	22; 22	22,0	56KA; 55KB	22; 20	21,0
57PA; 57PB	20; 24	22,0	57KA; 57KB	20; 22	21,0
58PA; 58PB	22; 22	22,0	58KA; 58KB	19; 21	20,0
59PA; 59PB	24; 22	23,0	59KA; 59KB	25; 26	25,5
60PA; 60PB	24; 20	22,0	60KA; 60KB	26; 26	26,0
61PA; 61PB	22; 20	21,0	61KA; 61KB	24; 22	23,0
62PA; 62PB	24; 26	25,0	62KA; 62KB	20; 26	23,0
63PA; 63PB	22; 22	22,0	63KA; 63KB	22; 26	24,0
64PA; 64PB	22; 26	24,0	64KA; 64KB	22; 21	21,5
65PA; 65PB	24; 22	23,0	65KA; 65KB	24; 26	25,0
66PA; 66PB	22; 20	21,0	66KA; 66KB	27; 27	27,0
67PA; 67PB	21; 25	23,0	67KA; 67KB	26; 22	24,0
68PA; 68PB	24; 22	23,0	68KA; 68KB	26; 20	23,0
69PA; 69PB	22; 22	22,0	69KA; 69KB	26; 18	22,0
70PA; 70PB	24; 20	22,0	70KA; 70KB	25; 25	25,0
71PA; 71PB	23; 22	22,5	71KA; 71KB	24; 25	24,5
72PA; 72PB	24; 22	23,0	72KA; 72KB	25; 24	24,5

Srednje vrijednosti izduženja A_{50} za uzorke uzete s početka blokova nalaze se u rasponu od 17,0% (uzorak 39PA - šarža 3157P; uzorak 40PA - šarža 3163P; uzorak 45PA - šarža 3163P; uzorak 46PA - šarža 3162P) do 25,0% (uzorak 42PA - šarža 3160P; uzorak 62PA - šarža 3160P). Srednje vrijednosti izduženja A_{50} za uzorke uzete s kraja blokova nalaze se u rasponu od 14,0% (uzorak 44KA - šarža 3157K) do 27,0% (uzorak 66KA - šarža 3163K).

4.3. STATISTIČKA ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

Analiza varijance - ANOVA je postupak usporedbe više uzoraka pri čemu svaki uzorak predstavlja zasebni osnovni skup, odnosno populaciju. U proizvodnim uvjetima analiza varijance je postupak koji se koristi u provjeri djelovanja promjene stanja nekog proizvodnog faktora na mjerenu vrijednost - rezultat. Analizom varijance provjeravaju se promjene aritmetičkih sredina uzoraka [61, 62]. Postupak ove metode razvio je Ronald A. Fischer te se često ova metoda naziva Fischerova analiza varijance. Primjenom je slična t- (Studentovom) i F-testu, tako što se koristi za usporedbu srednjih vrijednosti i relativne varijance između njih, no ANOVA se najbolje primjenjuje u slučajevima dva ili više skupova (ili populacije) koji se moraju usporediti.

Moraju se zadovoljiti određene pretpostavke za analizu varijance: neovisnost uzorka - uzorak mora biti nasumičan, normalna distribucija (često se koriste Kolmogor-Smirnov ili Shapiro-Wilk testovi za utvrđivanje normaliteta skupa) te homogenost varijanci - varijance između skupova moraju biti jednake (Leveneov test se koristi za testiranje homogenosti) [63].

Latinski kvadrat, shema s dvosmjernim repeticijama, omogućuje analiziranje varijabilnosti kroz procjenu ovih suma kvadratnih odstupanja (SS) [36, 64]:

$$SS_{\text{ukupno}} = \begin{matrix} & \nearrow & SS_{\text{Tretiranja (šarže)}} \\ & \nearrow & SS_{\text{Redovi (visina ploče)}} \\ & \nearrow & SS_{\text{Stupci (širina ploče)}} \\ & \nearrow & SS_{\text{ostatak}} \end{matrix}$$

Stupnjevi slobode za svaki izvor varijabilnosti, obzirom da je jednak broj vodoravnih jedinica pokusa, okomitih jedinica pokusa i tretiranja ($n_r = n_s = n$), su:

Stupnjevi slobode ($n - 1$)

SS_{Ukupno}	$\rightarrow n^2 - 1 = 6^2 - 1 = 35$
$SS_{\text{Šarže}}$	$\rightarrow n - 1 = 6 - 1 = 5$
$SS_{\text{Visina ploče}}$	$\rightarrow n - 1 = 6 - 1 = 5$
$SS_{\text{Širina ploče}}$	$\rightarrow n - 1 = 6 - 1 = 5$
SS_{Ostatak}	$\rightarrow SS_{\text{Ukupno}} - SS_{\text{Šarže}} - SS_{\text{Visina ploče}} - SS_{\text{Širina ploče}} =$ $= (n^2 - 1) - (n - 1) - (n - 1) - (n - 1) = 20$

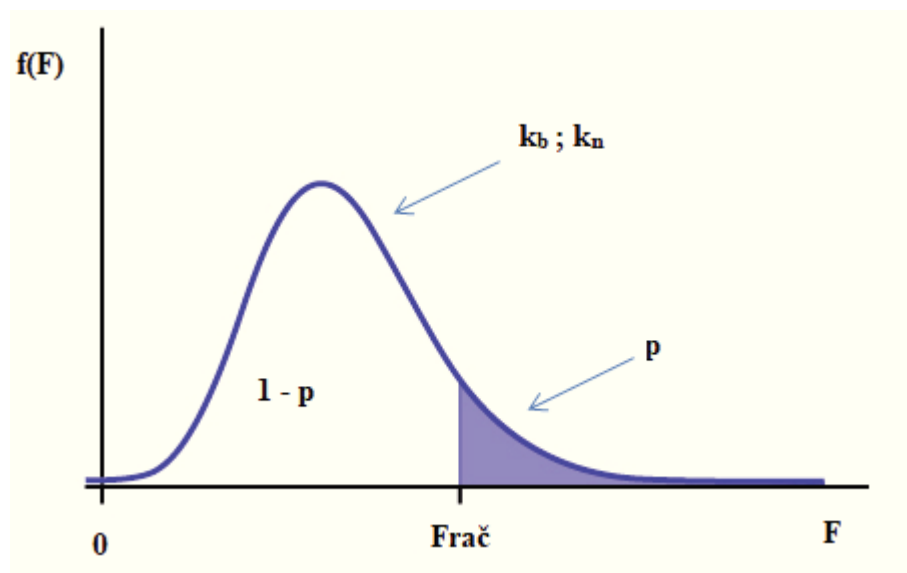
Nakon određivanja varijabilnosti što potječu od pojedinog uzorka određuju se procijenjene varijance s^2 , dijeleći svaku sumu kvadrata odstupanja SS s brojem stupnjeva slobode, $n - 1$. Tako su se odredile 3 nezavisne procijenjene varijance, što uz poznavanje procijenjene varijance ostatka, tj. prirodne varijabilnosti, omogućuje formiranje uobičajenog F-testa (jednadžbe (17) - (19)):

$$F_{\text{šarže}} = \frac{s_{\text{šarže}}^2}{s_{\text{ostatka}}^2} \quad (17)$$

$$F_{\text{visine ploče}} = \frac{s_{\text{visine ploče}}^2}{s_{\text{ostatka}}^2} \quad (18)$$

$$F_{\text{širine ploče}} = \frac{s_{\text{širine ploče}}^2}{s_{\text{ostatka}}^2} \quad (19)$$

Na kraju ostaje utvrđivanje statističke značajnosti za svaku od određenih vrijednosti F varijable, što se izvodi uporabom F -testa, slika 39.



Slika 39. Krivulja F -distribucije [36, 64]

gdje su:

- (F) - funkcija gustoće vjerojatnosti F -razdiobe za odgovarajuće parametre;
- k_b - stupnjevi slobode procijenjene varijance u brojniku za $Frač$;
- k_n - stupnjevi slobode procijenjene varijance u nazivniku za $Frač$;
- p - vjerojatnost da se dogodi utvrđena vrijednost za $Frač$ u uvjetima ispravnosti nulte hipoteze H_0 :

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

uz alternativnu hipotezu:

$$H_1: \sigma_1^2 > \sigma_2^2$$

σ_1^2 i σ_2^2 predstavljaju varijance osnovnih skupova iz kojih potječu podaci eksperimenta, uz konvencionalni uvjet da je u brojniku izraza $Frač$ unesena veća varijanca. Ako je vrijednost p premala (najčešće $p < 0,05$ i $p < 0,01$) može se odbaciti nulta hipoteza H_0 . Time se automatski implicira prihvatanje alternativne hipoteze H_1 , uz vjerojatnost pogrešnog odbacivanja nulte hipoteze (a da je ta hipoteza ipak ispravna) koja iznosi upravo p . Tako se u konačnici odredila značajnost utjecaja pojedinog od izvora varijabilnosti i to posve neovisno o drugim utjecajima.

Uz ovaj osnovni podatak o djelovanju pojedinih izvora varijabilnosti određuju se i utjecaji pojedinih varijabli po nivoima. To je ustvari razlika aritmetičke sredine izmjerenih vrijednosti za svaku od razina utjecajnih varijabli i sveukupne aritmetičke sredine rezultata. Grafički prikaz djelovanja razmatranih čimbenika je vidljiv na dijagramima prikazanim na slikama 40. - 47.

Koeficijent jednostavne linearne korelacije je brojčani izraz kojim se mjeri stupanj i smjer povezanosti dviju pojava koje su u linearnom statističkom odnosu. Mjerenje se temelji na parovima empirijskih vrijednosti numeričkih varijabli (x_i, y_i). Koeficijent korelacije, r , pokazuje stupanj slaganja između ovih promjenjivih varijabli u linearnoj međuzavisnosti. Koeficijent korelacije je jedan relativni pokazatelj nezavisan od jedinica mjere u kojima su izraženi originalni podaci i pogodan je za uspoređivanje s drugim koeficijentima korelacije [36, 64].

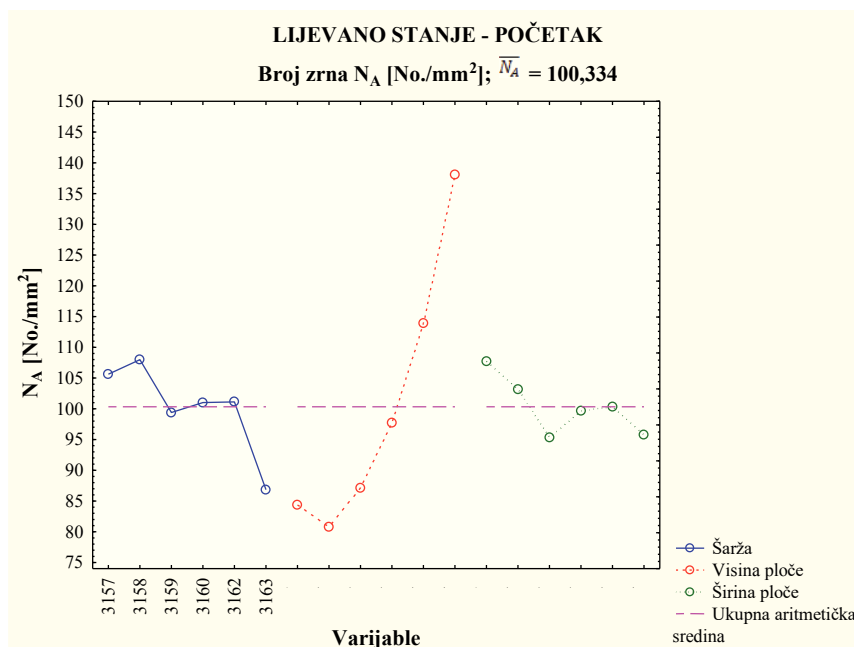
Metodom uzoraka u teoriji korelacije dobiva se granični r , $|r_{gran}|$ koji je važan prilikom testiranja izračunatog r . $|r_{gran}|$ za 36 parova podataka iznosi 0,33, a za 6 parova podataka iznosi 0,81. U slučaju $r > |r_{gran}|$ postoji korelacija između odabrane dvije varijable za određen broj podataka i tad je r označen crveno.

U ovom diplomskom radu statistička obrada podataka provedena je programskim paketom StatSoft® STATISTICA 13, programom „Experimental Design“ gdje se za svaku zavisnu, tj. mjerenu, varijablu (broj zrna po jedinici ispitivane površine, vlačna čvrstoća, granica proporcionalnosti i izduženje) izračunaju:

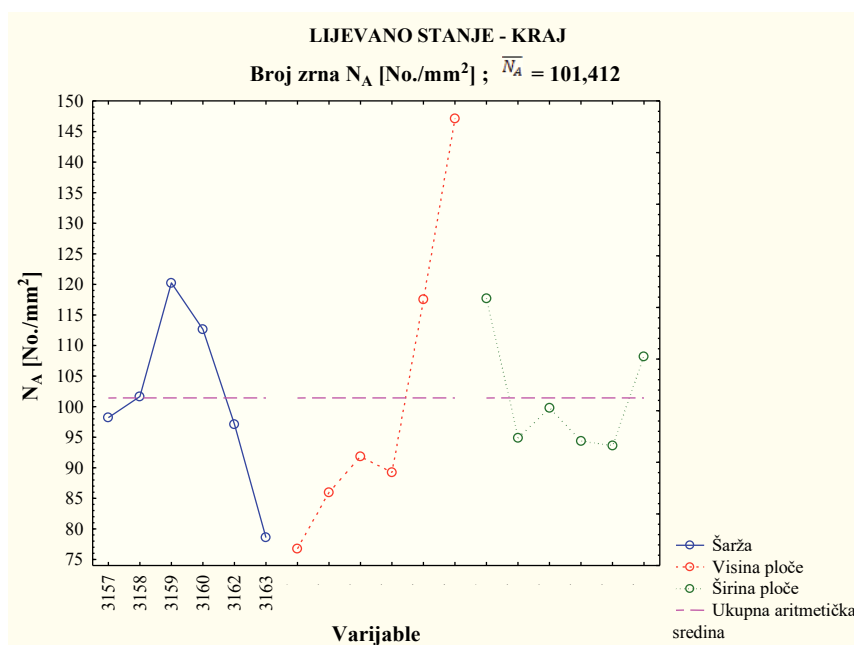
- tablice sa srednjim vrijednostima, procjenom parametara, standardnim devijacijama i koeficijentima varijacije za početke i krajeve lijevanih blokova (tablice P.1. - P.8. u prilogu),
- grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima (eng. *Graph of Main Effects*), slike 40. - 47. Grafovi prikazuju promjenu ispitivane zavisne varijable za ukupno svih 6 lijevanih blokova za početke i krajeve ovisno o *šarži* (3157, 3158, 3159, 3160, 3162, 3163, plava puna linija), *visini ploče* ($i = 1 - 6$, crvena isprekidana linija) i o *širini ploče* ($j = 1 - 6$, zelena točkasta linija),
- tablica analize varijance za svaku zavisnu varijablu za početke i krajeve lijevanih blokova ukupno,
- koeficijent korelacije za svaku zavisnu varijablu između početka i kraja za svaki lijevani ispitivani blok, odnosno šaržu pojedinačno ($r_{s,LP-LK}$)
- ukupni koeficijent korelacije između početaka i krajeva (r) [36].

4.3.1. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA BROJ ZRNA

Na slikama 40 i 41 dani su grafički prikazi utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za broj zrna po jedinici ispitivane površine N_A za početak i kraj blokova.



Slika 40. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za broj zrna N_A - početak blokova



Slika 41. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za broj zrna N_A - kraj blokova

Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za broj zrna N_A - početak blokova, slika 40 pokazuje sljedeće činjenice:

- utjecaj *šarži* pokazuje izraženije varijacije u odnosu na ukupnu aritmetičku sredinu ($\overline{N_{A,P}} = 100,334 \text{ No./mm}^2$) u oba smjera,
- utjecaj *visine ploče* pokazuje izraženu zakonitost po nivoima: od -15,9792 No./mm² za nivo $i = 1$ (sredina bloka) do +37,7075 za nivo $i = 6$ (rub bloka),
- utjecaj *širine ploče* pokazuje odstupanje od zakonitosti za nivo $i = 6$ gdje bi se očekivalo, s obzirom na veći intenzitet odvođenja topline, puno veći broj zrna po jedinici površine jer se radi o rubnom području ispitivanih ploča. Ovo se može objasniti tako što je na početku lijevanja nestacionarno stanje i potrebno je određeno vrijeme da se uvjeti lijevanja stabiliziraju, što izravno utječe i na sam proces skrućivanja.

Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za broj zrna N_A - kraj blokova, slika 41 pokazuje sljedeće činjenice:

- utjecaj *šarži* je značajan, tj. dosta su velika odstupanja od ukupne aritmetičke sredine ($\overline{N_{A,K}} = 101,412 \text{ No./mm}^2$) u oba smjera,
- utjecaj *visine ploče* pokazuje izraženu zakonitost po nivoima: od -24,6633 No./mm² za nivo $i = 1$ (sredina bloka) do +45,7050 No./mm² za nivo $i = 6$ (rub bloka),
- utjecaj *širine ploče* pokazuje trend rasta broja zrna i uz uže i uz dulje rubove blokova; dobivena zakonitost se potvrđuje time da broj zrna raste od sredine prema rubovima i utječe na veći intenzitet odvođenja topline s rubnog područja ploča i samim time veće pothlađenje. Razlike broja zrna po *visini ploče* mnogo su veće nego po *širini ploče*, što ukazuje na veći intenzitet odvođenja topline po debljini bloka nego po njegovoj širini.

Iz dobivenih rezultata utjecaja pojedinih varijabli na broj zrna uočava se da je ukupna aritmetička sredina broja zrna za početak blokova gotovo identična onoj s kraja ($\overline{N_{A,P}} = 100,334 \text{ No./mm}^2$, $\overline{N_{A,K}} = 101,412 \text{ No./mm}^2$).

Iz analize varijance za broj zrna N_A - početak blokova, tablica 30, uočava se izrazita značajnost razlika po *visini ploče* ($p = 0,000005$), dok izvori varijabilnosti *šarža* i *širina ploče* nisu značajni.

Tablica 30. Analiza varijance latinskog kvadrata za broj zrna N_A - početak blokova

Broj zrna N_A [No./mm ²] - početak blokova; Mean = 100,334					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	1623,89	5	324,779	1,60089	0,205504
Visina ploče	14548,27	5	2909,655	14,34221	0,000005
Širina ploče	650,79	5	130,158	0,64157	0,670798
Ostatak	4057,47	20	202,874		

Pregledom tablice 31 analize varijance za broj zrna N_A - kraj blokova, uočava se izrazita značajnost razlika i među šaržama i po širini i po visini ploče. Vjerojatnost pogreške prve vrste za utjecaj varijabilnosti visina ploče jednak je nuli ($p = 0,000000$), dok su i druga dva izvora varijabilnosti dosta značajna.

Tablica 31. Analiza varijance latinskog kvadrata za broj zrna N_A - kraj blokova

Broj zrna N_A [No./mm²] - kraj blokova; Mean = 101,412					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	6186,82	5	1237,365	7,85224	0,000314
Visina ploče	20619,59	5	4123,918	26,17012	0,000000
Širina ploče	2800,92	5	560,185	3,55490	0,018392
Ostatak	3151,62	20	157,581		

U tablici 32 prikazani su koeficijenti korelacije za broj zrna $r_s (N_A)$ između ploča s početka i krajeva ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu. Relativno visoki koeficijenti korelacije za gotovo sve šarže ukazuju na visoku strukturnu homogenost ispitivanih blokova lijevanih DC postupkom. Koeficijenti korelacije su nešto niži za šarže 3158 i 3162.

Tablica 32. Koeficijenti korelacije za broj zrna $r_s (N_A)$, između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu

Šarža	3157	3158	3159	3160	3162	3163
$r_s (N_A)$	0,88	0,67	0,83	0,93	0,75	0,87

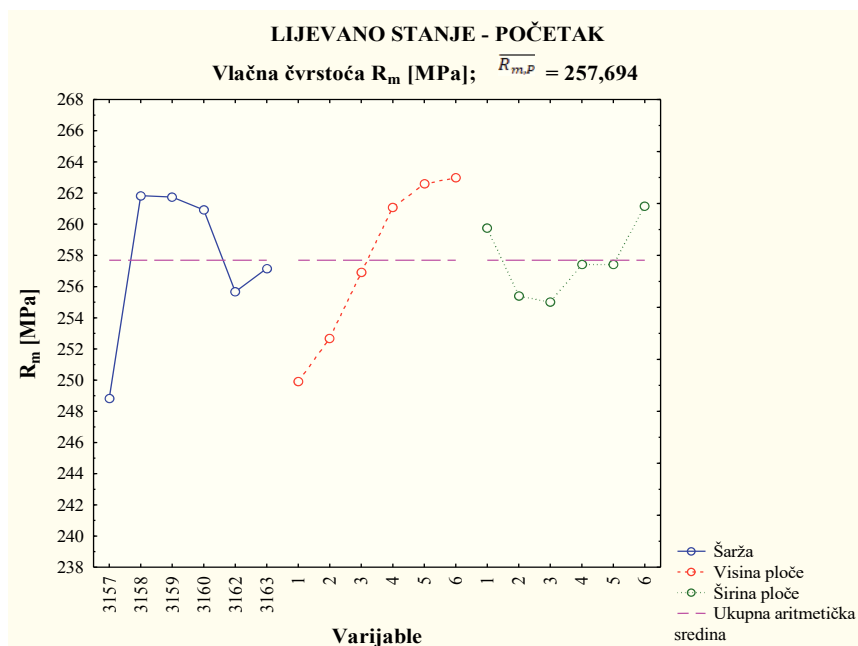
Dobivena varijacija i raspodjela broja zrna unutar šarži ispitivanih ploča je očekivana zbog različitog intenziteta odvođenja topline zbog čega nije moguće unutar cijelog presjeka bloka dobiti istoosna zrna približno istih veličina.

Iz dobivenog ukupnog koeficijenta korelacije za broj zrna za sve šarže $r (N_A) = 0,77$, zapaža se relativno visoki stupanj povezanosti svih početaka i krajeva blokova, što ukazuje na pravilnu raspodjelu broja zrna unutar svih blokova.

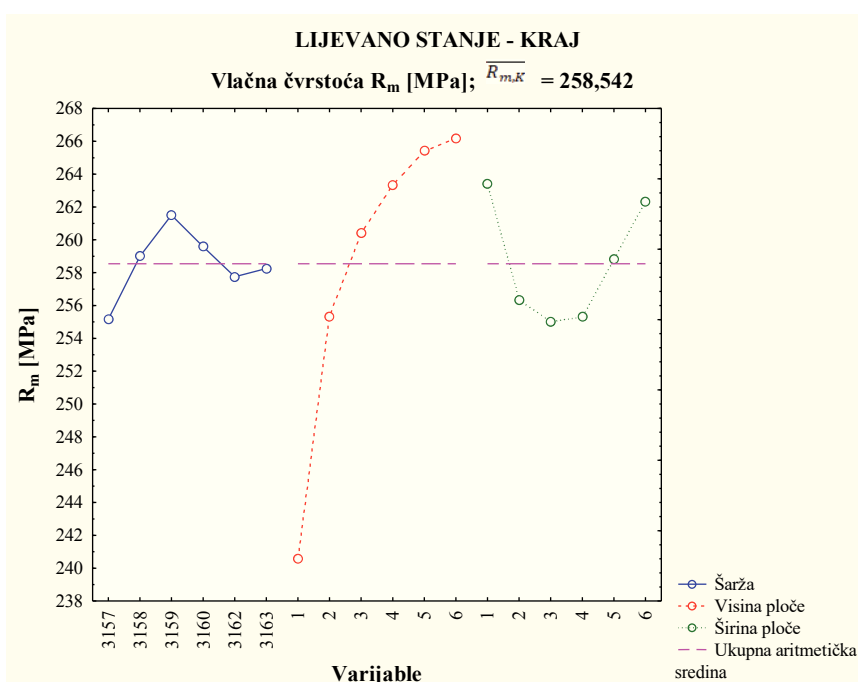
S aspekta cijepjenja i razvoja mikrostrukture potrebno je istaknuti da je dobivena uglavnom jednolika sitnozrnata struktura bez izražene zone stubičastih kristala. Takva struktura garantira jednoliku raspodjelu izlučenih faza, kraća vremena homogenizacije i sposobnost daljnje plastične obrade. Cilj je koristiti učinkovitija cjepiva i optimizirati procesne parametre lijevanja da se dobije sitnozrnata struktura uz manju upotrebu cjepiva.

4.3.2. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA VLAČNU ČVRSTOĆU

Na slikama 42 i 43 dani su grafički prikazi utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za vlačnu čvrstoće R_m za početak i kraj blokova.



Slika 42. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za vlačnu čvrstoću R_m - početak blokova



Slika 43. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za vlačnu čvrstoću R_m - kraj blokova

Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za vlačnu čvrstoću R_m - početak blokova, slika 42 pokazuje sljedeće činjenice:

- utjecaj *šarži* pokazuje relativno velike varijacije u odnosu na ukupnu aritmetičku sredinu od $\overline{R_{m,P}} = 257,694$ MPa,
- utjecaj *visine ploče* pokazuje vrlo izraženu zakonitost po nivoima: od -7,77778 MPa za nivo $i = 1$ (sredina bloka) do +5,30556 MPa za nivo $i = 6$ (rub bloka) s trendom povećanja vlačne čvrstoće prema užim rubovima blokova,

- utjecaj *širine ploče* varira od -2,69444 MPa do +3,47222, s trendom povećanja vlačne čvrstoće prema rubovima po širini blokova.

Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za *vlačnu čvrstoću R_m - kraj blokova*, slika 43 pokazuje sljedeće:

- utjecaj *šarži* pokazuje manje varijacije u odnosu na ukupnu aritmetičku sredinu od $\overline{R_{m,K}} = 258,542$ MPa,
- utjecaj *visine ploče* pokazuje vrlo izraženu zakonitost po nivoima: od -17,95830 MPa za nivo $i = 1$ (sredina bloka) do + 7,62500 MPa za nivo $i = 6$ (rub bloka), kao i kod početka, ali s većim odstupanjima od ukupne aritmetičke sredine;
- utjecaj *širine ploče* varira od -3,5417 MPa do + 4,8750 MPa, te prati trend ponašanja početka blokova.

Usporedbom ukupne aritmetičke sredine vrijednosti vlačne čvrstoće za početak i kraj blokova vidljivo je da su vrijednosti gotovo jednake ($\overline{R_{m,p}} = 257,694$ MPa, $\overline{R_{m,K}} = 258,542$ MPa). Može se rezimirati da vrijednosti uzoraka vlačne čvrstoće rastu i po visini i po širini ploče od sredine prema rubu što analogno prati i promjenu broja zrna (i za početke i za krajeve blokova).

Tablica analize varijance za *vlačnu čvrstoću R_m - početak blokova*, tablica 33 pokazuje da su izvori varijabilnosti *šarža* i *visina ploče* vrlo značajni. Treći izvor varijabilnosti, *širina ploče*, nije značajan.

Tablica 33. Analiza varijance latinskog kvadrata za *vlačnu čvrstoću R_m - početak blokova*

Vlačna čvrstoća R_m [MPa] - početak blokova; Mean = 257,694					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	761,2222	5	152,2444	7,534264	0,000405
Visina ploče	899,4722	5	179,8944	8,902605	0,000142
Širina ploče	173,3056	5	34,6611	1,715307	0,177105
Ostatak	404,1389	20	20,2069		

Tablica analize varijance za *vlačnu čvrstoću R_m - kraj blokova*, tablica 34 pokazuje izrazitu značajnost razlika po *visini ploče*, uz gotovo siguran zaključak, odnosno vjerojatnost pogreške prve vrste je gotovo jednaka nuli ($p = 0,000001$). Uočava se da druga dva izvora varijabilnosti, *šarža* i *širina ploče*, nisu značajni.

Tablica 34. Analiza varijance latinskog kvadrata za *vlačnu čvrstoću R_m - kraj blokova*

Vlačna čvrstoća R_m [MPa] - kraj blokova; Mean = 258,542					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	132,896	5	26,5792	0,82984	0,543521
Visina ploče	2788,063	5	557,6125	17,40952	0,000001
Širina ploče	395,646	5	79,1292	2,47054	0,067363
Ostatak	640,583	20	32,0292		

Koeficijenti korelacije za vlačnu čvrstoću r_s (R_m), između početka i kraja pojedinačnog bloka, odnosno šarže, tablica 35, upućuju na relativno veliku homogenost blokova s aspekta vlačne čvrstoće. Niže vrijednosti su vidljive kod šarži 3158 i 3160.

Tablica 35. Koeficijenti korelacije za vlačnu čvrstoću r_s (R_m), između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu

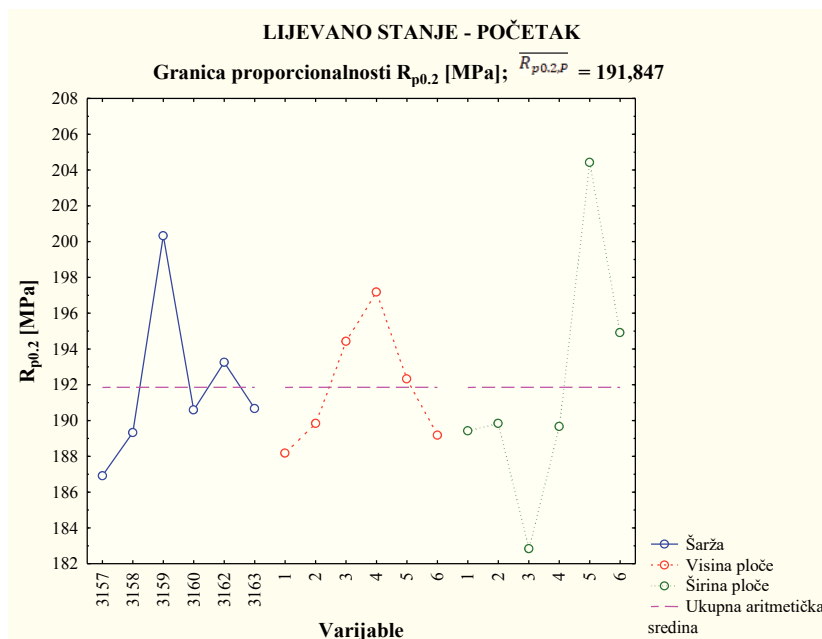
Šarža	3157	3158	3159	3160	3162	3163
r_s (R_m)	0,94	0,77	0,90	-0,09	0,91	0,95

Iz dobivenog ukupnog koeficijenta korelacije za vlačnu čvrstoću r (R_m) = 0,72, zapaža se relativno visoki stupanj povezanosti početaka i krajeva blokova, bez obzira na to što se uzorci nalaze u lijevanom stanju. To ukazuje na relativnu homogenost vlačne čvrstoće unutar svakog od blokova, odražavajući tako kemijsku i strukturnu jednolikost bloka, tj. šarže. Implicira se stabilnost i ponovljivost postupka lijevanja i adekvatna primjena tehnike i tehnologije.

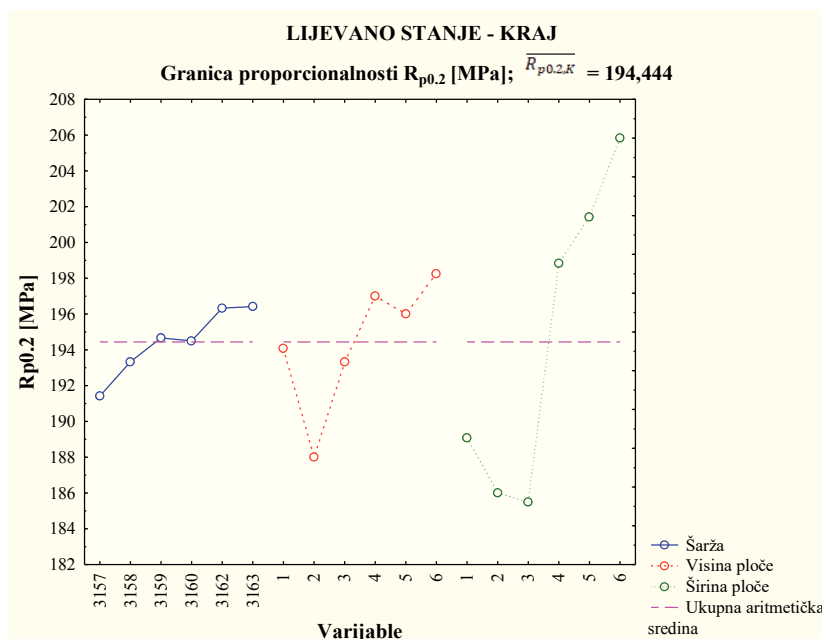
4.3.3. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA GRANICU PROPORCIONALNOSTI

Na slikama 44 i 45 dani su grafički prikazi utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za **granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ za početak i kraj blokova**. Iz grafičkog prikaza utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za **granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - početak i kraj blokova**, slike 44. i 45., uočava se da sva tri izvora varijabilnosti pokazuju velike varijacije u oba smjera, bez posebne zakonitosti u odnosu na ukupnu aritmetičku sredinu.

Ako se uspoređuju ukupne aritmetičke sredine granice proporcionalnosti za početak i kraj blokova, vidljivo je da su vrijednosti gotovo jednake. Vrijednost ukupne aritmetičke sredine granice proporcionalnosti za početak blokova iznosi $\overline{R_{p0.2,P}} = 191,847$ MPa, a za kraj blokova iznosi $\overline{R_{p0.2,K}} = 194,444$ MPa



Slika 44. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - početak blokova



Slika 45. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - kraj blokova

Iz tablica 36 i 37 uočava se da za granicu proporcionalnosti za početak i za kraj blokova niti jedan izvor varijabilnosti nije značajan, osim u slučaju granice proporcionalnosti kod početka blokova, izvor varijabilnosti *širina ploče*, koji je blago značajan.

Tablica 36. Analiza varijance latinskog kvadrata za granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - početak blokova

Granica proporcionalnosti $R_{p0.2}$ [MPa] - kraj blokova; Mean = 191,847					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	645,618	5	129,1236	1,269669	0,315448
Visina ploče	359,535	5	71,9069	0,707059	0,624963
Širina ploče	1580,285	5	316,0569	3,107780	0,030953
Ostatak	2033,972	20	101,6986		

Tablica 37. Analiza varijance latinskog kvadrata za granicu proporcionalnosti $R_{p0.2}$ - kraj blokova

Granica proporcionalnosti $R_{p0.2}$ [MPa] - kraj blokova; Mean = 194,444					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	107,472	5	21,4944	0,124240	0,985282
Visina ploče	397,972	5	79,5944	0,460065	0,801148
Širina ploče	2265,806	5	453,1611	2,619323	0,055976
Ostatak	3460,139	20	173,0069		

Utjecaj pojedinih varijabli na granicu proporcionalnosti ukazuje da postoji veliki utjecaj sva tri izvora varijabilnosti i da nema povezanosti unutar jedne šarže niti između šarži uzetih s početka i kraja blokova.

Koeficijenti korelacije za granicu proporcionalnosti r_s ($R_{p0.2}$), između početka i kraja pojedinačnog bloka, odnosno šarže su vrlo niski (tablica 38) i ukazuju na neprimjerenost ove varijable u ocjeni stupnja homogenosti lijevanih blokova.

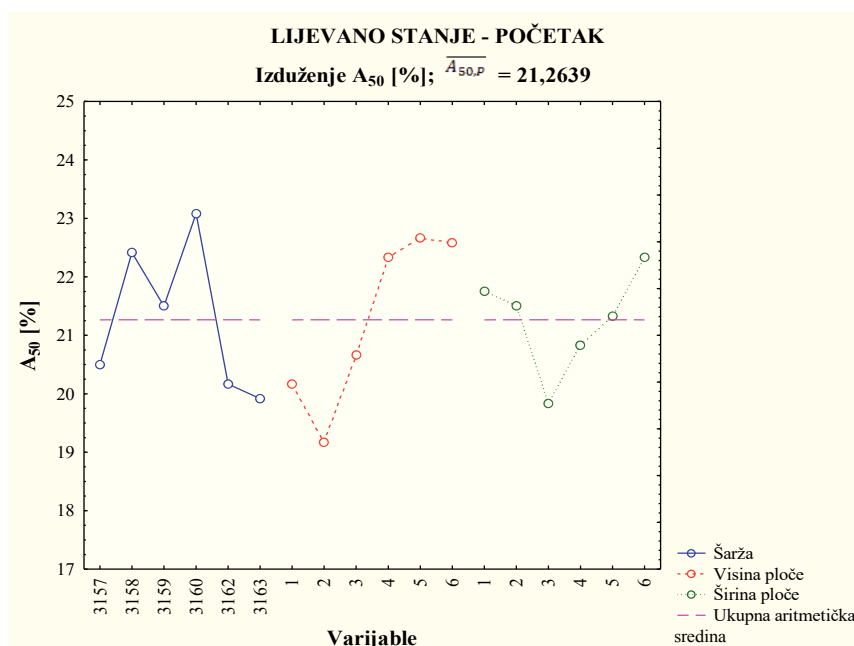
Tablica 38. Koeficijenti korelacije za granicu proporcionalnosti r_s ($R_{p0.2}$), između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu

Šarža	3157	3158	3159	3160	3162	3163
r_s ($R_{p0.2}$)	0,55	0,09	0,37	0,05	0,01	0,30

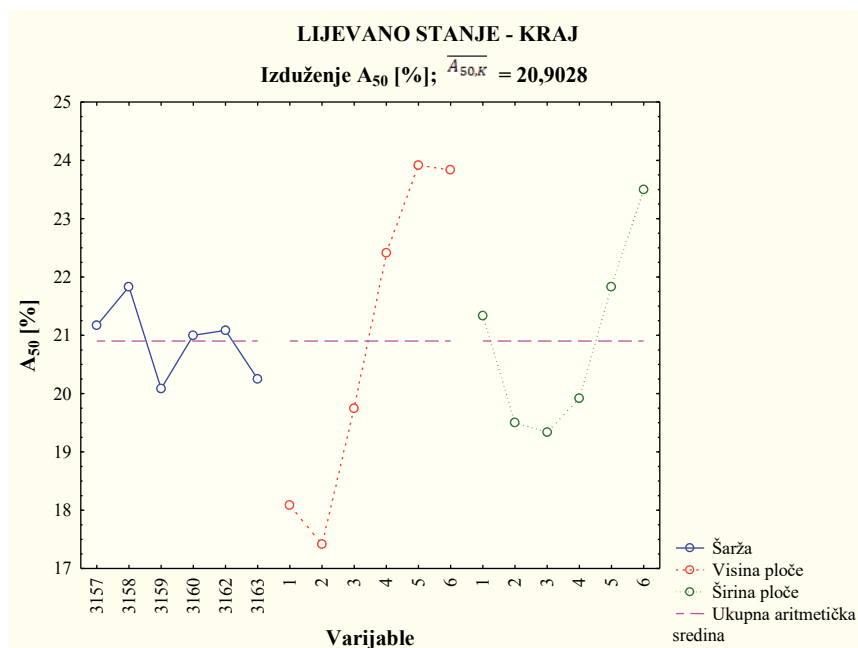
Iz dobivenog ukupnog koeficijenta korelacije za granicu proporcionalnosti r ($R_{p0.2}$) = 0,27, potvrđuje se činjenica da granica proporcionalnosti odražava svojstva plastičnosti ispitivanog materijala. Pošto je ovo lijevano stanje, tj. primarno i nehomogenizirano, rezultati upućuju na potrebu homogenizacijskog žarenja u cilju poboljšanja plastičnosti. Granica proporcionalnosti, kao parametar, nije relevantna za ocjenu homogenosti materijala u lijevanom stanju.

4.3.4. UTJECAJ IZVORA VARIJABILNOSTI NA IZDUŽENJE

Na slikama 46 i 47 dan je grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za *izduženje* A_{50} , za *početak* i *kraj* ispitivanih lijevanih blokova.



Slika 46. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za *izduženje* A_{50} - *početak blokova*



Slika 47. Grafički prikaz utjecaja pojedinih varijabli po nivoima za izduženje A_{50} - kraj blokova

Utjecaj pojedinih varijabli po nivoima za izduženje A_{50} - početak blokova, slika 46, pokazuje:

- utjecaj *šarži* pokazuje velike varijacije i to u oba smjera u odnosu na ukupnu aritmetičku sredinu ($\overline{A_{50,P}} = 21,2639\%$),
- utjecaj *visine ploče* pokazuje djelomičnu zakonitost po nivoima od -1,09722% za nivo $i = 1$ (sredina bloka) do +1,31944% za nivo $i = 6$ (rub bloka), s trendom povećanja izduženja od sredine prema užim rubovima blokova,
- utjecaj *širine ploče* varira od -1,43056% do +1,06944%, gdje je izduženje veće uz rubove blokova.

Utjecaj pojedinih varijabli po nivoima za izduženje A_{50} - kraj blokova, slika 47, pokazuje:

- utjecaj *šarži* pokazuje manje varijacije u odnosu na početak blokova u odnosu na ukupnu aritmetičku sredinu ($\overline{A_{50,K}} = 20,9028\%$),
- utjecaj *visine ploče* pokazuje djelomičnu zakonitost po nivoima od -2,81944% za nivo $i = 1$ (sredina bloka) do +2,93056% za nivo $i = 6$ (rub bloka), slično kao i za početke uz malo veća odstupanja od ukupne aritmetičke sredine, a prikaz također prati trend broja zrna po jedinici površine i vlačne čvrstoće,
- utjecaj *širine ploče* varira od -1,56944% do +2,59722, gdje je izduženje veće uz rubove blokova.

Početak i kraj blokova su pokazali vrlo slične činjenice pod utjecajem pojedinih varijabli po nivoima, ali s različitim intenzitetom odstupanja. Usporedbom vrijednosti ukupnih aritmetičkih sredina za izduženje također je vidljivo da su vrijednosti gotovo jednake za početak i kraj blokova ($\overline{A_{50,P}} = 21,2639\%$, $\overline{A_{50,K}} = 20,9028\%$).

Iz grafičkih prikaza utjecaja pojedinih varijabli može se zaključiti da vrijednosti izduženja (i po visini i po širini blokova) prate trend promjene broja zrna po jedinici površine i vrijednosti vlačne čvrstoće.

Iz tablice analize varijance za *izduženje* A_{50} - *početak blokova*, tablica 39, uočava se da su sva tri izvora varijabilnosti vrlo značajna.

Tablica 39. Analiza varijance latinskog kvadrata za *izduženje* A_{50} - *početak blokova*

Izduženje A_{50} [%] - početak blokova; Mean = 21,2639					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	49,78472	5	9,95694	7,226815	0,000520
Visina ploče	64,86806	5	12,97361	9,416331	0,000098
Širina ploče	22,03472	5	4,40694	3,198589	0,027800
Ostatak	27,55556	20	1,37778		

Iz tablice analize varijance za *izduženje* A_{50} - *kraj blokova*, tablica 40, uočava se da su izvori varijabilnosti *visina ploče* i *širina ploče* vrlo značajni. Izvor varijabilnosti *šarža* za *izduženje* A_{50} - *kraj blokova*, nije značajan.

Tablica 40. Analiza varijance latinskog kvadrata za *izduženje* A_{50} - *kraj blokova*

Izduženje A_{50} [%] - početak blokova; Mean = 20,9028					
Varijable	Suma kvadrata odstupanja, SS	Stupnjevi slobode, n-1	Srednji kvadrat odstupanja, s^2	Frač	Pogreška 1. vrste
Šarža	12,4514	5	2,49028	0,77351	0,580054
Visina ploče	248,3681	5	49,67361	15,42925	0,000003
Širina ploče	79,2014	5	15,84028	4,92019	0,004258
Ostatak	64,3889	20	3,21945		

Koeficijenti korelacije za *izduženje* r_s (A_{50}), između početka i kraja pojedinačnog bloka, odnosno šarže, tablica 41, upućuju na relativnu homogenost blokova s aspekta *izduženja*, gdje se značajnije odstupanje uočava jedino kod šarže 3158.

Tablica 41. Koeficijenti korelacije za *izduženje* r_s (A_{50}), između ploča uzetih s početka i kraja ispitivanih blokova za svaku pojedinačnu šaržu

Šarža	3157	3158	3159	3160	3162	3163
r_s (A_{50})	0,94	0,26	0,83	0,67	0,79	0,80

Ukupni koeficijent korelacije za *izduženje* r (A_{50}) = 0,66, pokazuje da ipak postoji povezanost između početaka i krajeva blokova. Ukazuje se na relativnu homogenost *izduženja* po svim parametrima za početak i kraj blokova, osim za parametar *šarža* kod *izduženja* za kraj blokova.

5. ZAKLJUČAK

Razradom eksperimentalnih rezultata ispitivanja mikrostrukturnih i vlačnih svojstava šest blokova aluminijske legure EN AW-5083 lijevanih polukontinuiranim vertikalnim DC postupkom te njihovom statističkom obradom utvrdilo se sljedeće:

1. Ispitivanjem mikrostrukture unutar svih ispitivanih ploča uočava se nejednolika raspodjela istoosnih zrna bez zone stubičastih kristala. Najznačajniji izvor varijabilnosti broja zrna po jedinici ispitivane površine je *visina ploče* koji i za početke i za krajeve pokazuje dosta izraženu zakonitost po nivoima - povećanje broja zrna od sredine prema rubovima ploča što je posljedica različitog intenzita hlađenja, odnosno različitih brzina hlađenja. Izvor varijabilnosti *širina ploče* pokazuje sličnu zakonitost za početke i krajeve blokova, gdje je uglavnom prisutan trend rasta zrna uz rubove bloka. Ukupne srednje vrijednosti broja zrna su gotovo jednake za početak i kraj blokova, dok je ukupni koeficijent korelacije $r(N_A) = 0,77$ vrlo visok. Sve to ukazuje na relativno visoku homogenost blokova s aspekta mikrostrukture i na adekvatno primijenjenu tehnologiju obrade i ispravne parametre lijevanja i hlađenja taline te učinkovito cijepljenje.
2. Glavni izvor varijabilnosti za vlačnu čvrstoću R_m i za početke i za krajeve blokova je *visina ploče* čije vrijednosti rastu po visini od sredine prema rubu s vrlo izraženom zakonitosti po razinama koja prati trend promjene broja zrna. Ukupne srednje vrijednosti vlačne čvrstoće za početak i kraj blokova su također gotovo jednake, dok relativno visok ukupni koeficijent korelacije $r(R_m) = 0,72$ implicira kemijsku i strukturnu jednodolnost blokova. Zaključuje se da je proces lijevanja i skrućivanja stabilan, ponovljiv te adekvatno primijenjen.
3. Kod granice proporcionalnosti je vidljiv utjecaj sva tri izvora varijabilnosti te nema povezanosti unutar jedne šarže niti između ploča uzetih s početka i krajeva blokova. Pošto je ispitivani materijal u primarnom, lijevanom stanju, rezultati upućuju na potrebu homogenizacijskog žarenja da bi se poboljšala plastičnost. Granica proporcionalnosti, kao parametar, nije relevantna za ocjenu homogenosti materijala u lijevanom stanju.
4. Najznačajniji izvori varijabilnosti za izduženje predstavljaju *visina* i *širina ploče* čije vrijednosti rastu i po visini i po širini od sredine prema rubu s vrlo izraženom zakonitosti po razinama koja također prati trend promjene broja zrna. Ukupne srednje vrijednosti izduženja za početak i kraj blokova su gotovo jednake, dok relativno visok ukupni koeficijent korelacije $r(A_{50}) = 0,66$ ukazuje na relativnu homogenost blokova s aspekta izduženja.
5. Uspoređujući dobivene vrijednosti ukupnih koeficijenata korelacije za broj zrna po jedinici ispitivane površine, vlačnu čvrstoću i izduženje koje se nalaze u rasponu od 0,66 do 0,77, vidljivo je da su ispitivani lijevani blokovi aluminijske legure EN AW-5083 u svih 6 šarži pokazali zadovoljavajuću kemijsku, mikrostrukturnu i mehaničku homogenost. Promatrajući cijeli postupak, od taljenja, obrade taline i lijevanja blokova aluminijske legure EN AW-5083 zaključuje se da je postupak relativno konzistentan i ponovljiv. Upućuje se na važnost kontrole procesnih varijabli i svojstava lijevanog proizvoda da bi se navedene varijable mogle optimizirati.

6. LITERATURA

- [1] Z. Lenhard, Metalurgija obojenih metala II, Interna skripta, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2008.
- [2] Handbook of Extractive Metallurgy, ed. F. Habashi, Weinheim, Federal Republic of Germany, Weinheim: WILEY - VCH, 1997.
- [3] M. Mišović, N. Tadić, D. Lučić, Deformation Characteristics of Aluminium Alloys, Građevinar, **68**(2016) 3, str. 179-189.
- [4] <http://www.world-aluminium.org/statistics/> - Primary Aluminium Production [06. prosinac 2018.]
- [5] <https://www.european-aluminium.eu/data/industry-overview/> - European Overview: Aluminium Plants Location [06. prosinac 2018.]
- [6] Total Materia, Euronorm Standard List: Aluminium Materials, 2011., <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&LN=EN&site=KTS&NM=324> [06. prosinac 2018.]
- [7] T. Alam, A. H. Ansari, Review on Aluminium and Its Alloys for Automotive Applications, International Journal of Advanced Technology in Engineering and Science, **5**(2017) 5, str. 278-294.
- [8] N. Dolić, Homogenost blokova Al-slitine 5083 proizvedenih vertikalnim DC postupkom, Magistarski rad, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2006.
- [9] I. Duplančić, Obrada deformiranjem, Interna skripta, Sveučilište u Splitu Fakultet elektrotehnike, strojarstva i brodogradnje, Split, 2004.
- [10] M. Glazoff, V. Zolotorevsky, N. Belov, Casting Aluminium Alloys, Elsevier Science, Amsterdam, Netherlands, 2007.
- [11] D. Kopeliovich, Cast aluminium alloys, SubsTech, 2013.
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=cast_aluminum_alloys [02. veljače 2019.]
- [12] <http://web.deu.edu.tr/metalurjimalzeme/pdf/MME5059aluminium-technologies/ALUMINIUMTECHNOLOGIES-week8.pdf> [2. veljače 2019.]
- [13] Z. Zovko Brodarac, Teorija lijevanja metala, Interna skripta, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2017.
- [14] Ø. Ryen, Work Hardening and Mechanical Anisotropy of Aluminium Sheets and Profiles, Doctoral Thesis, Fakultet for naturvitenskap og teknologi, Trondheim, 2003.
- [15] Aluminium: Properties and Physical Metallurgy, ur. J. E. Hatch, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984.
- [16] Total Materia, Precipitation of Aluminium Alloys, 2010.
<https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&NM=235> [08. prosinac 2018.]
- [17] D. Kopeliovich, Precipitation hardening, SubsTech, 2012.
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=precipitation_hardening [02. veljače 2019.]
- [18] EN 515: 1993, Aluminium and Aluminiumlegierungen; Halbzeug Bezeichnungen der Werkstoffzustände, European Committee for Standardization, Brussels, 1993.
- [19] Specifications, Properties, Classifications and Classes, Aalco - Ferrous and Non - Ferrous Metals Stockist, 2005.
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=2863> [08. prosinac 2018.]
- [20] D. Kopeliovich, Wrought Aluminium Alloys, SubsTech, 2012.
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=wrought_aluminum_alloys#non-heat-treatable_alloys [02. veljače 2019.]
- [21] D. Kopeliovich, Effects of Alloying Elements on Properties of Aluminium Alloys, SubsTech, 2012.

- http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=effects_of_alloying_elements_on_properties_of_aluminum_alloys [09. prosinac 2018.]
- [22] J. Medved, Tehnologija aluminija, Interna skripta, Univerza v Ljubljani, Naravoslovnotehniška fakulteta, Ljubljana, 2017.
- [23] ASM Specialty Handbook®, Aluminium and Aluminium Alloys, ur. J. R. Davis, ASM International, Materials Park, Ohio, 2001.
- [24] EN 573-1: 1994, Aluminium and Aluminium Alloys - Chemical Composition and Form of Wrought Products - Part 1: Numerical Designation System, European Committee for Standardization, Brussels, 1994.
- [25] EN 573-2: 1994, Aluminium and Aluminium Alloys - Chemical Composition and Form of Wrought Products - Part 2: Chemical Symbol Based Designation System, European Committee for Standardization, Brussels, 1994.
- [26] A. Mishra, Friction Stir Welding of Dissimilar Metal: A Review, International Journal for Research in Applied Science & Engineering Technology, **6**(2018) 1, pp. 1551-1559.
- [27] R. Goswami, G. Spanos, P. S. Pao, R. L. Holty, Precipitation behaviour of the β phase in Al-5083, Materials Science and Engineering A, **527**(2017) 100, pp. 1089-1095.
- [28] D. Kopeliovich, Wrought Aluminium-Magnesium Alloys (5xxx), SubsTech, 2012.
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=wrought_aluminum-magnesium_alloys_5xxx [08. prosinac 2018.]
- [29] Wrought Aluminium-Magnesium Alloys 5083, SubsTech, 2012.
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=wrought_aluminum-magnesium_alloy_5083 [10. prosinac 2018.]
- [30] EN 573-3: 2002, Aluminium and Aluminium Alloys - Chemical Composition and Form of Wrought Products - Part 3: Chemical Compositions, European Committee for Standardization, Brussels, 2002.
- [31] Y. Liu, Y. Sun, L. Zhang, Y. Zhao, J. Wang, C. Liu, Microstructure and Mechanical Properties of Al-5Mg-0.8Mn Alloys with Various Contents of Fe and Si Cast under Near-Rapid Cooling, Metals, **7**(2017), pp. 428.
- [32] <https://www.nedal.com/wp-content/uploads/2017/11/Nedal-alloy-Datasheet-EN-AW-5083.pdf> [05. veljače 2019.]
- [33] <http://www.almet-marine.com/images/clients/EN/Aluminium-users-guide/Ch03-aluminium-alloys-in-marine-applications.pdf> [3. veljače 2019.]
- [34] C. Huang, Z. Wu, R. Huang, W. Wang, L. Li, Mechanical Properties of AA5083 in Different Tempers at Low Temperatures, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, (2017), pp. 279.
- [35] <http://www.calm-aluminium.com.au/Documents/Aluminium-Alloys.pdf> [5. veljače 2019.]
- [36] N. Dolić, Utjecaj uvjeta skrućivanja i hlađenja svojstva polukontinuirano lijevanih blokova Al-Mg slitine, Doktorski rad, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2010.
- [37] D. Kopeliovich, Direct Chill (DC) casting, SubsTech, 2012.
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=direct_chill_dc_casting [12. prosinac 2018.]
- [38] R. E. Ortega Pelayo, Direct Chill and Fusion™ Casting of Aluminium Alloys, Master Thesis, University of Waterloo, Waterloo, 2012.
- [39] J. F. Grandfield, D. G. Eskin, I. F. Bainbridge, Direct-Chill Casting of Light Alloys, Hoboken, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, 2013.
- [40] KN. Lie, YH. Chen, MT. Tsai, A Control System Analysis of a Direct-Chill Cast Process of Aluminium Ingots by an Inverse Measured Method, International Journal of Applied Science and Engineering, **12**(2014) 4, pp. 257-274.

- [41] T. Matković, P. Matković, Fizikalna metalurgija I, Interna skripta, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet, Sisak, 2009.
- [42] D. G. Eskin, Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminium Alloys, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton, 2008.
- [43] A. Larouche, C. Brochu, Solidification Conditions in Aluminium DC Sheet Ingot: Understanding and Control, 31st Annual Conference of Metallurgists on Light Metals (CIM), Montreal, Quebec, 1996., pp. 597-604.
- [44] R. Nadella, D. G. Eskin, Q. Du, L. Katgerman, Macroseggregation in Direct-Chill Casting of Aluminium Alloys, Progress in Materials Science, **53**(2008), pp. 421-480.
- [45] A. L. Greer, Grain Refinement of Aluminium Alloys, The Minerals, Metals & Materials Society, 2004., pp. 131-145.
- [46] R. G. Guan, D. Tie, A Review on Grain Refinement of Aluminium Alloys, Progresses, Challenges and Prospects, Acta Metallurgica-Sinica (English-Letters), **30**(2017) 5, pp. 409-432
- [47] K. Narasimhan, Master Thesis, Multiscale simulation of Aluminium casting: Cooling rate and grain size, Bochum: Interdisciplinary Centre for Advanced Materials Simulations (ICAMS), Ruhr-Universität Bochum, 2017.
- [48] Z. Zovko Brodarac, Lijevanje neželjeznih metala, Interna skripta, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2018.
- [49] V. Šuica, Ispitivanje svojstava AlSi7Mg legure, Diplomski rad, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2016.
- [50] D. Stefanescu, Science and Engineering of Casting Solidification, New York, 2002.
- [51] D. Eskin, Mechanism of Macro-Segregation in Direct-Chill Casting of Aluminium Alloys, Proceedings of the 12th International Conference of Aluminium Alloys, 2010, pp. 185-192.
- [52] N. Jamaly, N. Haghdadi, A. B. Phillion, Microstructure, Macroseggregation and Thermal Analysis of Direct Chill Cast AA5182 Aluminium Alloy, Journal of Materials Engineering and Performance, **24**(2015) 5, pp. 2067-2073.
- [53] S. Samaray, G. N. Haidemenopoulos, Modelling of microseggregation and homogenization of 6061 extrudable Al-alloy, Journal of Materials Processing Technology, **194**(2007) 1-3, pp. 63-73.
- [54] M. Ukrainczyk, Planiranje pokusa u industriji, Hrvatski časopis za prehrambenu tehnologiju, biotehnologiju i nutricionizam, **5**(2010) 3-4, str. 96-105
- [55] H. Cajner, Oblikovanje planova pokusa, Doktorski rad, Sveučilište u Zagrebu Fakultet Strojarsstva i brodogradnje, Zagreb, 2011.
- [56] N. Šakić, Planiranje i analiza pokusa u istraživačkom radu, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb, 2011.
- [57] Đ. Vasilj, Biometrika i eksperimentiranje u bilnogojstvu, Hrvatsko agronomsko društvo, 2000.
- [58] https://www.fmf.uni-lj.si/~skreko/Pouk/dm2/2006-7/Predavanja/Seminarske/Latinski_kvadrati.pdf [16. siječanj 2019.]
- [59] ISO 6892-1:2016, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at Room temperature, European Committee for Standardization (CEN), Brussels, 2016.
- [60] E 1382-97, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis, American National Standard Institute / ASTM, 1997.
- [61] N. Grubešić, Karakterizacija procesa uporabom metode regresijske analize i analize varijance, Diplomski rad, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2014.

- [62] D. C. Montgomery, Design and Analysis of Experiment, John Wiley & Sons, New Jersey, 2008.
- [63] <https://www.statisticssolutions.com/anova-analysis-of-variance> [22. siječanj 2019.]
- [64] S. Hadživuković, Statistički metodi, Radnički univerzitet: Radivoj Čiparov, Novi Sad, 1973.

7. ŽIVOTOPIS

OSOBNİ PODATCI:

Ime i prezime: Ivana Bunjan, univ. bacc. ing. met.
Datum i mjesto rođenja: 9. ožujak 1994., Sisak
Adresa: Zagrebačka ulica 37, 44000 Sisak
Telefon: 091/439-5555
e-mail: ivana.bunjan@yahoo.com

OBRAZOVANJE:

2000. - 2008. Osnovna škola „Braća Ribar“, Sisak
2008. - 2012. Gimnazija Sisak, jezična gimnazija
2013. - 2019. Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet

RADNO ISKUSTVO:

2016. Integral Group, Zagreb - Suradnik
2016. - 2017. Euroherc osiguranje d.d., Sisak - Agent u Call Centru
2018. Euroherc osiguranje d.d., Sisak - Prodajni predstavnik

VJEŠTINE:

Rad na računalu Dobro poznavanje operativnog sustava Windows, korištenje paketnog programa MS Office, rad u nekoliko programa za 2D i 3D modeliranje
Strani jezik Engleski (aktivno), Njemački (pasivno)

NAGRADE I PRIZNANJA:

Dekanova nagrada za akademsku godinu 2014./2015., 2015./2016., 2017./2018., Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet
Velika pohvala Magna Cum Laude Baccalaureus, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet 2016.
Stipendija za izvrsnost Sveučilišta u Zagrebu za akademsku godinu 2015./2016., 2016./2017., 2017./2018., 2018./2019.

ZNANSTVENA DJELATNOST:

N. Dolić, I. Bunjan, F. Kozina, Correlation of Mechanical and Microstructural Properties in As-Cast Condition of EN AW-5083 Aluminium Alloy Using Statistical Analysis, Proceedings Book of 18th International Foundrymen Conference - Coexistence of Material Science and Sustainable Technology in Economic Growth, ur. N. Dolić, Z. Zovko Brodarac, A. Begić Hadžipašić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, 15. - 17. 5May 15th - 17th 2019, Sisak
I. Bunjan, V. Džomba, Z. Zovko Brodarac, 17IFC - Book of Abstracts - Students Section - Hi-tech Casting Solution and Knowledge Based Engineering, ur. Lj. Slokar, Z. Zovko Brodarac, N. Dolić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, 16. - 18. 5. 2018., Opatija - Osvojeno 1. mjesto
Znanstveni rad „Procjena kvalitete odljevka primjenom numeričke simulacije“ - XXI. Tehnologijada Umag 2017.
Znanstveni rad „Određivanje deformacije metodom vizioplastičnosti“ - XIX. Tehnologijada Makarska 2015.

8. PRILOZI

POPIS TABLICA PRILOGA

Tablica P.1.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za broj zrna, N_A - početak bloka	2
Tablica P.2.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za broj zrna, N_A - kraj bloka	2
Tablica P.3.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za vlačnu čvrstoću, R_m - početak bloka	3
Tablica P.4.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za vlačnu čvrstoću, R_m - kraj bloka	3
Tablica P.5.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za granicu proporcionalnosti, $R_{p0.2}$ - početak bloka	4
Tablica P.6.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za granicu proporcionalnosti, $R_{p0.2}$ - kraj bloka	4
Tablica P.7.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za izduženje, A_{50} - početak bloka	5
Tablica P.8.	Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za izduženje, A_{50} - kraj bloka	5

Tablica P.1. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za broj zrna, N_A - početak bloka

Broj zrna, N_A [No./mm ²] – početak bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	105,6283	5,2942	32,86080	31,11
	3158	107,9917	7,6575	21,99246	20,36
	3159	99,3950	-0,9392	27,25960	27,43
	3160	101,0183	0,6842	25,56044	25,30
	3162	101,1283	0,7942	19,12539	18,91
	3163	86,8433	-13,4908	22,92606	26,40
Visina ploče	1.	84,3550	-15,9792	3,96562	4,70
	2.	80,7817	-19,5525	16,05324	19,87
	3.	87,1567	-13,1775	14,21130	16,31
	4.	97,7400	-2,5942	15,01030	15,36
	5.	113,9300	13,5958	18,46700	16,21
	6.	138,0417	37,7075	14,98993	10,86
Širina ploče	1.	107,7300	7,3958	18,25407	16,94
	2.	103,1450	2,8108	32,96542	31,96
	3.	95,3650	-4,9692	26,98350	28,29
	4.	99,6317	-0,7025	34,77328	34,90
	5.	100,3467	0,0125	23,35017	23,27
	6.	95,7867	-4,5475	11,97817	12,51

Tablica P.2. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za broj zrna, N_A - kraj bloka

Broj zrna, N_A [No./mm ²] - kraj bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	98,2050	-3,2067	30,19899	30,75
	3158	101,6583	0,2467	33,88675	33,33
	3159	120,2450	18,8333	29,51894	24,55
	3160	112,6483	11,2367	24,82696	22,04
	3162	97,1400	-4,2717	29,13886	30,00
	3163	78,5733	-22,8383	30,28725	38,55
Visina ploče	1.	76,7483	-24,6633	25,54074	33,28
	2.	85,9733	-15,4383	28,71658	33,40
	3.	91,8233	-9,5883	20,20880	22,01
	4.	89,2417	-12,1700	11,77404	13,19
	5.	117,5667	16,1550	10,56521	8,99
	6.	147,1167	45,7050	17,09549	11,62
Širina ploče	1.	117,6917	16,2800	26,18449	22,25
	2.	94,8633	-6,5483	42,59683	44,90
	3.	99,7667	-1,6450	41,70387	41,80
	4.	94,3667	-7,0450	27,84610	29,51
	5.	93,6100	-7,8017	21,70263	23,18
	6.	108,1717	6,7600	22,49151	20,79

Tablica P.3. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za vlačnu čvrstoću, R_m - početak bloka

Vlačna čvrstoća, R_m [MPa] – početak bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	248,8333	-8,86111	11,32549	4,55
	3158	261,8333	4,13889	6,49359	2,48
	3159	261,7500	4,05556	2,80624	1,07
	3160	260,9167	3,22222	3,59745	1,38
	3162	255,6667	-2,02778	6,94022	2,71
	3163	257,1667	-0,52778	7,48109	2,91
Visina ploče	1.	249,9167	-7,77778	11,84659	4,74
	2.	252,6667	-5,02778	8,60039	3,40
	3.	256,9167	-0,77778	4,35220	1,69
	4.	261,0833	3,38889	4,22394	1,62
	5.	262,5833	4,88889	3,76054	1,43
	6.	263,0000	5,30556	1,58114	0,60
Širina ploče	1.	259,7500	2,05556	4,82442	1,86
	2.	255,4167	-2,27778	9,61986	3,77
	3.	255,0000	-2,69444	12,58173	4,93
	4.	257,4167	-0,27778	9,23264	3,59
	5.	257,4167	-0,27778	6,08619	2,36
	6.	261,1667	3,47222	4,07022	1,56

Tablica P.4. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za vlačnu čvrstoću, R_m - kraj bloka

Vlačna čvrstoća, R_m [MPa] – kraj bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	255,1667	-3,3750	14,71620	5,77
	3158	259,0000	0,4583	10,20294	3,94
	3159	261,5000	2,9583	3,14643	1,20
	3160	259,5833	1,0417	12,88183	4,96
	3162	257,7500	-0,7917	9,93353	3,85
	3163	258,2500	-0,2917	13,02594	5,04
Visina ploče	1.	240,5833	-17,9583	10,60857	4,41
	2.	255,3333	-3,2083	5,72422	2,24
	3.	260,4167	1,8750	4,68419	1,80
	4.	263,3333	4,7917	1,36626	0,52
	5.	265,4167	6,8750	6,23231	2,35
	6.	266,1667	7,6250	5,08593	1,91
Širina ploče	1.	263,4167	4,8750	4,59801	1,75
	2.	256,3333	-2,2083	10,64268	4,15
	3.	255,0000	-3,5417	13,69672	5,37
	4.	255,3333	-3,2083	10,91635	4,28
	5.	258,8333	0,2917	9,27182	3,58
	6.	262,3333	3,7917	13,60760	5,19

Tablica P.5. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za granicu proporcionalnosti, $R_{p0.2}$ - početak bloka

Granica proporcionalnosti, $R_{p0.2}$ [MPa] – početak bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	186,9167	-4,93056	9,76431	5,22
	3158	189,3333	-2,51389	14,71620	7,77
	3159	200,3333	8,48611	12,15182	6,07
	3160	190,5833	-1,26389	12,14667	6,37
	3162	193,2500	1,40278	10,11311	5,23
	3163	190,6667	-1,18056	9,23941	4,85
Visina ploče	1.	188,1667	-3,68056	6,13732	3,26
	2.	189,8333	-2,01389	13,84798	7,29
	3.	194,4167	2,56944	14,20006	7,30
	4.	197,1667	5,31945	14,04160	7,12
	5.	192,3333	0,48611	13,45610	7,00
	6.	189,1667	-2,68056	6,53197	3,45
Širina ploče	1.	189,4167	-2,43056	13,39932	7,07
	2.	189,8333	-2,01389	7,04746	3,71
	3.	182,8333	-9,01389	6,77249	3,70
	4.	189,6667	-2,18056	13,10216	6,91
	5.	204,4167	12,56944	5,97843	2,92
	6.	194,9167	3,06944	11,19561	5,74

Tablica P.6. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za granicu proporcionalnosti, $R_{p0.2}$ - kraj bloka

Granica proporcionalnosti, $R_{p0.2}$ [MPa] – kraj bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	191,4167	-3,02778	13,55513	7,08
	3158	193,3333	-1,11111	20,50285	10,60
	3159	194,6667	0,22222	12,64384	6,50
	3160	194,5000	0,05556	11,97497	6,16
	3162	196,3333	1,88889	11,78417	6,00
	3163	196,4167	1,97222	13,36195	6,80
Visina ploče	1.	194,0833	-0,36111	15,93555	8,21
	2.	188,0000	-6,44445	10,52616	5,60
	3.	193,3333	-1,11111	14,26768	7,38
	4.	197,0000	2,55556	8,28251	4,20
	5.	196,0000	1,55556	16,03746	8,18
	6.	198,2500	3,80556	16,50985	8,33
Širina ploče	1.	189,0833	-5,36111	14,64383	7,74
	2.	186,0000	-8,44445	11,54556	6,21
	3.	185,5000	-8,94445	9,39681	5,07
	4.	198,8333	4,38889	15,40346	7,75
	5.	201,4167	6,97222	9,33497	4,63
	6.	205,8333	11,38889	5,71548	2,78

Tablica P.7. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za izduženje, A_{50} - početak bloka

Izduženje, A_{50} [%] – početak bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	20,50000	-0,76389	2,428992	11,85
	3158	22,41667	1,15278	0,917424	4,09
	3159	21,50000	0,23611	1,048809	4,88
	3160	23,08333	1,81944	1,744038	7,56
	3162	20,16667	-1,09722	2,228602	11,05
	3163	19,91667	-1,34722	2,653614	13,32
Visina ploče	1.	20,16667	-1,09722	3,125167	15,50
	2.	19,16667	-2,09722	2,065591	10,78
	3.	20,66667	-0,59722	1,632993	7,90
	4.	22,33333	1,06944	0,516398	2,31
	5.	22,66667	1,40278	1,632993	7,20
	6.	22,58333	1,31944	0,491596	2,18
Širina ploče	1.	21,75000	0,48611	0,987421	4,54
	2.	21,50000	0,23611	2,588436	12,04
	3.	19,83333	-1,43056	2,483277	12,52
	4.	20,83333	-0,43056	3,060501	14,69
	5.	21,33333	0,06944	1,722401	8,07
	6.	22,33333	1,06944	1,505545	6,74

Tablica P.8. Srednje vrijednosti, procjene parametara, standardne devijacije i koeficijenti varijacije (V_P) za izduženje, A_{50} - kraj bloka

Izduženje, A_{50} [%] – kraj bloka					
Utjecaji	Nivo	Srednja vrijednosti	Procjena parametra	Standardna devijacija	Koeficijenti varijacije
Šarža	3157	21,16667	0,26389	5,115336	24,17
	3158	21,83333	0,93056	2,909754	13,33
	3159	20,08333	-0,81944	2,800297	13,94
	3160	21,00000	0,09722	2,428992	11,57
	3162	21,08333	0,18056	2,416954	11,46
	3163	20,25000	-0,65278	4,916808	24,28
Visina ploče	1.	18,08333	-2,81944	2,653614	14,67
	2.	17,41667	-3,48611	2,577143	14,80
	3.	19,75000	-1,15278	2,403123	12,17
	4.	22,41667	1,51389	2,615658	11,67
	5.	23,91667	3,01389	1,908315	7,98
	6.	23,83333	2,93056	1,125463	4,72
Širina ploče	1.	21,33333	0,43056	2,065591	9,68
	2.	19,50000	-1,40278	3,563706	18,28
	3.	19,33333	-1,56944	3,559026	18,41
	4.	19,91667	-0,98611	3,292669	16,53
	5.	21,83333	0,93056	3,710346	16,99
	6.	23,50000	2,59722	3,286335	13,98